



André Filipe Pedreira Gonçalves

Licenciado em Ciências de Engenharia Mecânica

**Desenvolvimento e validação
experimental de protótipo funcional
para ensaios de envelhecimento
acelerado com células bacterianas**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Mecânica

Orientador: Doutor Telmo Jorge Gomes dos Santos,
Prof. Auxiliar, FCT-UNL

Co-orientador: Doutora Carla da Conceição Caramujo Rocha
de Carvalho, Investigadora Principal, IST-UL



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Setembro 2016

Desenvolvimento e validação de protótipo funcional para ensaios de envelhecimento com células bacterianas

Copyright © 2016 André Filipe Pedreira Gonçalves

A Faculdade de Ciências e Tecnologias e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

AGRADECIMENTOS

Esta dissertação não teria sido realizada sem a contribuição de inúmeras pessoas, sendo assim os meus sinceros agradecimentos a:

Professor Telmo Santos, pela oportunidade em orientar esta dissertação, pelos conhecimentos transmitidos, pelas trocas de ideias que vão para além do trabalho, pelos conselhos para o futuro e sobretudo pela exigência em fazer sempre mais e melhor. Foi um privilégio trabalhar com ele.

Professora Carla Carvalho, pela coorientação e pelos conhecimentos transmitidos de uma área de estudo bastante diferente da minha.

Colegas de laboratório, Patrick, Miguel, Diogo e Tiago por toda a ajuda nos momentos mais complicados, pela troca de ideias e conhecimentos, companheirismo e momentos de lazer para além do trabalho.

Aos técnicos de laboratório, Sr. Campos e Sr. Paulo por toda a ajuda.

Aos colegas de curso, um sincero obrigado pelos momentos passados nesta instituição e fora dela. São amigos que vou levar para a vida. Quero agradecer em especial ao Tiago pela sua amizade ao longo destes anos e à Joana pelo encorajamento e motivação que me deu no percurso académico.

Aos meus pais e irmã, por todo o amor, esforço e dedicação que despenderam para que o filho pudesse obter um curso superior. São um exemplo de vida para mim.

À Vera, pela paciência e apoio nos momentos de maior desânimo, pelas orientações e dicas que me tornaram numa pessoa mais responsável.

A todas as pessoas que contribuíram direta ou indiretamente para a realização desta dissertação.

O meu agradecimento às identidades:

Instituto de Biotecnologia e Bioengenharia do Instituto Superior Técnico, pelo o uso das suas instalações e fornecimento das células bacterianas.

À Visteon Portuguesa pelo acompanhamento em diversas fases dos trabalhos e pelo fornecimento de alguns dados e corpos de prova.

RESUMO

Os ensaios de envelhecimento acelerado de produto (2EAP) são utilizados na indústria para determinar a fiabilidade e os mecanismos de falha antes da produção em série. O problema destes ensaios prende-se com o tempo necessário para obter os resultados desejados e com os custos associados. Sabe-se que a interação dos produtos provenientes da atividade morfológica das bactérias ou fungos com alguns materiais resulta numa degradação e deterioração dos mesmos. Com este trabalho pretende-se introduzir o fenómeno biológico como variável de aceleração num 2EAP, de modo a encurtar o tempo de ensaio e obter informação complementar, diversa e redundante acerca dos mecanismos de falha. Para testar esta ideia inovadora, o principal objetivo foi desenvolver um protótipo funcional para criar as condições de vida necessárias às células bacterianas, assegurando os fenómenos de degradação dos produtos. Foi concebido, produzido e validado um equipamento laboratorial constituído por uma câmara hermética de ambiente controlável. O protótipo foi automatizado e instrumentado com medição de temperatura, pH e humidade. O software dedicado permite controlar os parâmetros do ensaio. Os ensaios com suspensão de células bacterianas numa placa de circuito impresso de painéis de instrumentos de automóvel mostram o potencial da estratégia seguida. O equipamento desenvolvido revelou-se conforme os objetivos pretendidos.

PALAVRAS CHAVE

Ensaio de Envelhecimento Acelerado de Produto (2EAP)

Células Bacterianas

Protótipo Funcional

Placa de Circuitos Integrados

ABSTRACT

The products accelerated aging tests are conducted to determine their reliability and modes of failures before mass production. However, this tests are time consuming and expensive to obtain accurate results. It is known that the resulting products from the morphological activity of bacteria or fungus, when interacting with certain materials degrades and deteriorates them. In order to reduce the testing and to obtain diverse, complementary and redundant information about failure modes, this study introduces the biological phenome as an accelerating variable. The main objective was to develop a functional prototype to ensure prone conditions for the bacteria to interact and deteriorate products, testing this innovating idea. It was designed, developed and validated a laboratorial equipment composed by a hermetic chamber with controllable temperature. The prototype was automatized and equipped with data acquisition systems for temperature, pH and humidity. A dedicated software to control the testing conditions was also conceived. The testing results using bacterial cells in a printed circuit board of an automotive dashboard, have shown promising results. The developed equipment has shown the intended features for the purposed objectives.

KEY WORD

Accelerated Aging Test

Bacterian Cells

Functional Prototype

Printed Circuit Board (PCB)

ÍNDICE

AGRADECIMENTOS	v
RESUMO	vii
PALAVRAS CHAVE	vii
ABSTRACT.....	ix
KEY WORD	ix
ÍNDICE.....	xi
LISTA DE FIGURAS.....	xiii
LISTA DE TABELAS	xv
NOMENCLATURA	xvii
1 INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Estado da Arte e Motivação	1
1.2 Objetivos	3
1.3 Trabalho realizado	4
1.5 Estrutura da Dissertação	5
2 REVISÃO DO ESTADO DA ARTE	7
2.1 Introdução	7
2.2 Ensaio de Envelhecimento Acelerado de Produto.....	8
2.2.1 Testes Quantitativos.....	9
2.2.2 Testes Qualitativos	10
2.2.2.1 <i>Elephant Test</i>	11
2.2.2.2 <i>High Accelerated Life Tests (HALT)</i>	11
2.2.2.3 <i>Environmental Stress Screening (ESS)</i>	12
2.2.2.4 <i>Burn-in Test</i>	13
2.2.3 Tipos de Aceleração	13
2.2.4 Equipamentos disponíveis comercialmente	14
2.3 Degradação de produtos eletrônicos induzido por microrganismos	16
2.3.1 Mecanismos de biodegradação	18
2.3.2 Desenvolvimento do Biofilme	20
2.3.3 Resultados da biodegradação/biodeterioração	21
2.4 Ensaio Não Destrutivo utilizando Células Bacterianas	25
2.5 Síntese do capítulo	27

3	DESENVOLVIMENTO DO PROTÓTIPO FUNCIONAL	29
3.1	Introdução	29
3.1	Requisitos Funcionais	30
3.2	Conceção do equipamento.....	31
3.3	Projeto e produção do protótipo funcional	31
3.3.1	Chassis do protótipo funcional	32
3.3.2	Sistema eletromecânico	35
3.3.2.1	Eletrónica do sistema eletromecânico.....	38
3.3.3	Sistema térmico	39
3.3.3.1	Eletrónica do sistema térmico	43
3.4	Instrumentação	44
3.5	<i>Software</i> dedicado	46
3.6	Protótipo funcional produzido	48
3.7	Síntese do capítulo	50
4	VALIDAÇÃO DO PROTÓTIPO FUNCIONAL	51
4.1	Introdução	51
4.2	Ensaio de Arrefecimento	52
4.3	Ensaio de Aquecimento	55
4.4	Ensaio Misto.....	55
4.5	Ensaio de corrosão numa solução de NaCl	58
4.6	Ensaio de suspensão de células bacterianas	64
4.7	Síntese do capítulo	67
5	CONCLUSÕES E DESENVOLVIMENTOS FUTUROS	69
5.1	Introdução	69
5.2	Conclusões	70
5.3	Desenvolvimentos futuros	70
	BIBLIOGRAFIA.....	73

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 – Amostra de teste.....	5
Figura 2.1 – Carregamentos utilizados nos 2EAP	9
Figura 2.2 - Representação de um biofilme na superfície do metal.....	19
Figura 2.3 - Modelo de desenvolvimento de um biofilme bacteriano.....	21
Figura 2.4 - Análise do íman NdFeB.....	22
Figura 2.5 - Folha de cobre e liga de carbono S235J2G3 expostas aos microrganismos durante 120 horas.	23
Figura 2.6 – Efeito de biocorrosão no cobre causado por CB redutoras de sulfato.	24
Figura 2.7 - Efeito da Rhodococcus erythropolis na superfície de cobre e cubalto de crómio.	25
Figura 2.8 - Concentração das CB nos defeitos superficiais em alumínio, aço e cobre	26
Figura 2.9 - Limite de detetabilidade com o tempo de penetração das células das CB nas indentações superficiais em alumínio, aço e cobre.	26
Figura 3.1 - Modelação triaxial do protótipo funcional.	32
Figura 3.2 – Quotas de atravancamento do protótipo funcional	32
Figura 3.3 – Fluxo de calor nas paredes do protótipo.	33
Figura 3.4 – Modelação geométrica do chassis.	34
Figura 3.5 – Fluxo de calor nas paredes do protótipo revestidas com isolamento.....	35
Figura 3.6 – Modelação triaxial da primeira solução construtiva.	36
Figura 3.7 – Modelação triaxial da segunda solução construtiva.	37
Figura 3.8 – Peças produzidas recorrendo a impressão 3D.....	37
Figura 3.9 – Esquema elétrico do sistema eletromecânico.....	39
Figura 3.10 – Componentes do sistema térmico	41
Figura 3.11 – Dissipador de calor instalado no protótipo funcional.	42
Figura 3.12 – Sistema de distribuição do frio no interior do protótipo.....	42
Figura 3.13 – Esquema elétrico do sistema térmico.	43
Figura 3.14 – Sensor BlackLine pH instalado no protótipo funcional.	45
Figura 3.15 – Soluções utilizadas para calibrar o sensor pH	46
Figura 3.16 – Interface gráfica em LabVIEW para controlo do protótipo funcional.	47
Figura 3.17 – Interface gráfica em LabVIEW das medições dos termopares.....	48
Figura 3.18 – Protótipo funcional para realização de ensaios de envelhecimento acelerado de produto com células bacterianas	49
Figura 3.19 – Sistema elétrico do protótipo funcional.	49
Figura 4.1 – Medição do arrefecimento no protótipo funcional utilizando as alhetas. ...	52

Figura 4.2 – Medição do arrefecimento no protótipo funcional utilizando uma chapa de alumínio num dos módulos Peltier.	53
Figura 4.3 – Medição do arrefecimento no protótipo funcional com a configuração final.	54
Figura 4.4 – Primeiro ensaio de aquecimento no interior do protótipo funcional.....	55
Figura 4.5 – Resultados do ensaio de arrefecimento-aquecimento-arrefecimento do protótipo funcional.	56
Figura 4.6 – Resultados do ensaio controlado pelo PID.	57
Figura 4.7 – Medição da humidade relativa.....	58
Figura 4.8 – Provetes utilizados no ensaio de corrosão.	58
Figura 4.9 – Aparato laboratorial.....	59
Figura 4.10 – Temperaturas medidas durante 3 h 30 min.	60
Figura 4.11 – Humidade relativa e pH medido durante 3 h 30 min.....	60
Figura 4.12 – Temperaturas medidas durante 9 h.	61
Figura 4.13 – Humidade relativa e pH medido durante 9 h.....	61
Figura 4.14 – Temperaturas medidas durante o segundo ciclo de 9 h.....	62
Figura 4.15 – Humidade relativa e pH medido durante o segundo ciclo de 9 h.	62
Figura 4.16 – Aspeto dos provetes após o ensaio.	63
Figura 4.17 – Superfície dos provetes após a realização do ensaio de corrosão.	63
Figura 4.18 - Aparato laboratorial no ensaio com células bacterianas.	64
Figura 4.19 - Biofilme formado na superfície da PCB após 7 dias de ensaio.	65
Figura 4.20 – Biofilmes formados na superfície da placa de circuitos integrados.....	66
Figura 4.21 - Placa PCB após 33 dias de ensaio.	66
Figura 4.22 – Biocorrosão na superfície do componente.....	67

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Modelos dos testes acelerados quantitativos.	10
Tabela 2.2 - Equipamentos produzidos pela empresa Thermotron®	14
Tabela 2.3 - Equipamentos produzidos pela empresa Aralab®.....	15
Tabela 2.4 - Microrganismos responsáveis por biodegradação em equipamentos eletrónicos.	17
Tabela 3.1 - Requisitos do protótipo funcional.	30
Tabela 3.2 - Dimensões das caixas.	34
Tabela 3.3 - Temperaturas medidas na região de Almada em 2015.....	40
Tabela 3.4 - Características elétricas e térmicas dos equipamentos constituintes do sistema térmico.....	41
Tabela 3.5 - Custo dos componentes.	50
Tabela 4.1 - Parâmetros do ensaio inseridos no software	59
Tabela 4.2 - Propriedades da célula bacteriana utilizadas no ensaio.....	64

NOMENCLATURA

q	Fluxo de calor [W]
k	Condutividade térmica [W/m.°C]
x	Espessura [mm]
T	Temperatura [°C]
R _t	Resistência Térmica[°C/W]
2EAP	Ensaio de envelhecimento acelerado de produto
CB	Células Bacterianas
DAQ	<i>Data acquisition</i>
DEMI	Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial
ESS	<i>Environmental Stress Screening</i>
END	Ensaio Não Destrutivos
EPS	Substância poliméricas extracelulares
FCT	Faculdade de Ciências e Tecnologia
HALT	<i>High Accelerated Life Tests</i>
iBB	Instituto de Bioengenharia e Biociência
IPMA	Instituto Português do Mar e Atmosfera
IST	Instituto Superior Técnico
LabEND	Laboratório de Ensaio Não Destrutivos
NTI	Núcleo de Tecnologia Industrial
PCB	<i>Printed Circuit Board</i>
PLA	Ácido Polilático
TTF	<i>Time to failure</i>
MIC	Corrosão Influenciada por Microrganismos
NI	<i>National Instruments</i>
NTI	Núcleo de Tecnologia Industrial
TAQual	Teste Acelerado Qualitativo
TAQuant	Teste Acelerado Quantitativo
UL	Universidade de Lisboa
UNL	Universidade Nova de Lisboa

1 INTRODUÇÃO

1.1 Estado da Arte e Motivação

Os Ensaios de Envelhecimento Acelerado de Produto (2EAP) têm como principal objetivo detetar os mecanismos de falha e determinar a fiabilidade dos produtos. Os protótipos dos mesmos são submetidos a estes ensaios com o intuito de os validar e qualificar antes da sua produção em série. Com o evoluir das tecnologias e a competitividade global do mercado, procuram-se novos métodos, cada vez mais rápidos, para atingir esses objetivos. Estes ensaios são realizados de formas distintas, utilizando diferentes variáveis de envelhecimento, tais como a temperatura, humidade, vibração e tensão elétrica. Os produtos são ensaiados em câmaras climáticas, de elevado custo, e submetidos a condições extremas de stress, acelerando assim os mecanismos de degradação e o aparecimento de defeitos nos produtos. Os 2EAP mais utilizados comumente pela indústria, principalmente a eletrónica, são os que combinam os choques térmicos com a vibração. Apesar da designação “acelerados”, estes ensaios requerem tipicamente 40 a 60 dias para se obter os resultados desejados, apresentam custos elevados associados (11000€ custo de mercado) e podem não fornecer informação relevante a nível de deteção de defeitos nas soldaduras,

componentes eletrónicos ou em pistas de circuitos impressos. Dai surge a necessidade e a motivação para o trabalho desta dissertação.

O Núcleo de Tecnologia Industrial (NTI) da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa (FCT-UNL) está desde 2011 a utilizar células bacterianas (CB) em ensaios não destrutivos, com o objetivo de detetar micro e nano defeitos superficiais. Através de trabalhos realizados no Laboratório de Ensaio Não Destrutivos (LabEND) foi comprovado que as CB não patogénicas distribuem-se e aderem naturalmente a esses defeitos. Devido ao sucesso destes ensaios e ao conhecimento existente acerca da interação bactérias-material, procura-se agora utilizar os fenómenos biológicos como fator de envelhecimento acelerado de produto.

A integração deste fenómeno biológico como fator de aceleração permite obter informação complementar e diversa comparativamente aquela que é dada pelos ensaios convencionais de 2EAP. Este novo método proporciona a utilização de novos conceitos e o aparecimento de novos fenómenos, apresentando vantagens para diversas indústrias, principalmente naquelas onde a utilização de novos materiais e onde a miniaturização dos componentes é cada vez mais relevante.

Para a implementação e teste deste método de 2EAP, foi necessário desenvolver, construir e validar equipamento customizado de modo a ser possível estudar o efeito das CB em termos de degradação de componentes. Este equipamento consiste numa câmara hermética que envolve cinco componentes, sendo eles:

- 1) Contentor com isolamento (hermético);
- 2) Dispositivo eletromecânico para movimentação da amostra;
- 3) Instrumentação e aquisição de dados;
- 4) Sistema de controlo da temperatura;
- 5) *Software* dedicado;

1.2 Objetivos

O objetivo desta dissertação é desenvolver, implementar e testar uma nova metodologia para ensaios de envelhecimento acelerado de produto com base na utilização de células bacterianas. Este objetivo principal divide-se em dois, um de carácter científico e um de carácter tecnológico, sendo respetivamente:

- Teste e validação da utilização de células bacterianas como agente de aceleração num ensaio de envelhecimento.
- Conceção, projeto, produção e validação experimental de um protótipo funcional customizado para a realização de ensaios de envelhecimento acelerado utilizando CB;

Com a execução do objetivo científico pretende-se uma redução nos tempos de ciclo na fase de qualificação/validação do produto bem como os custos associados. Pretende-se verificar se a utilização de CB como agente de aceleração possibilita obter informação redundante, diferente e/ou complementar face à que existe dada pelos ensaios convencionais. Concretamente, pretende avaliar-se:

- 1) Qual o efeito que os microrganismos (fungos e bactérias) têm na degradação de produtos;
- 2) A possibilidade de antecipar/prever a abertura de pistas em PCB devido à biocorrosão;
- 3) A possibilidade de antecipar/antever o aparecimento de maus contactos nos pontos de soldadura de difícil acessibilidade, como por exemplo BGA.
- 4) O aparecimento antecipado de curto-circuitos em componentes ou em pistas de PCB muito próximas, nomeadamente avaliando a possibilidade de promover um fenómeno de produção/segregação de material/partículas condutoras unindo essas zonas e criando “pontes” metálicas.

O objetivo de carácter tecnológico serve como meio para cumprir estes objetivos de carácter mais científico. Nesse sentido, pretende-se desenvolver um dispositivo que permita um ambiente favorável às condições de vida das células bacterianas, de modo a que estas sobrevivam e se reproduzam. As condições de sobrevivência resumem-se á temperatura, humidade relativa e presença de oxigénio. Sendo assim foram produzidos os meios laboratoriais adequados para a realização de 2EAP com CB, desenvolvendo um protótipo funcional customizado para esse efeito.

1.3 Trabalho realizado

Tendo em vista a resolução dos objetivos traçados, foi inicialmente efetuada uma pesquisa bibliográfica sobre os 2EAP, para aferir as variáveis envolvidas, como são realizados os ensaios e que tipos de equipamentos utilizam.

Posteriormente identificaram-se os requisitos funcionais do protótipo para 2EAP utilizando CB, e iniciou-se a sua modelação geométrica no *software SolidWorks®*. O sistema eletromecânico foi o primeiro componente a ser modelado, pois este define as quotas de atravancamento necessárias para o protótipo, seguindo-se o chassis. Após montagem destes dois componentes, foi modelado o sistema de controlo de temperatura. No decorrer desta fase foram avaliadas diferentes soluções, fazendo-se melhoramentos à medida que os erros eram identificados ou encontradas melhores soluções construtivas.

Estando o protótipo produzido, foi realizada a sua validação. Em primeiro lugar realizaram-se vários ensaios para validar o sistema de controlo da temperatura. Estes decorreram no LabEND, em dias distintos, para avaliar a capacidade de arrefecimento e aquecimento do protótipo. Foram também realizados ensaios numa sala onde foi possível controlar a temperatura ambiente. Após avaliar e validar a capacidade térmica do protótipo, realizou-se um ensaio de corrosão sobre provetes de cobre, magnésio, estanho e alumínio. Estas amostras foram mergulhas numa solução contendo água e NaCl (sal), tendo como objetivo comparar a corrosão com a biocorrosão causada num ensaio com bactérias.

Foram utilizadas bactérias *R. erythropolis* num ensaio de suspensão bacteriana numa placa de circuitos integrados. Este ensaio teve como objetivo estudar a aderência das células aos componentes eletrónicos.

Os ensaios foram realizados sobre uma placa PCB (*Print Circuit Board*) produzida pela empresa Visteon® e utilizada no painel de instrumentação de um automóvel. A Figura 1.1 ilustra a amostra de teste.

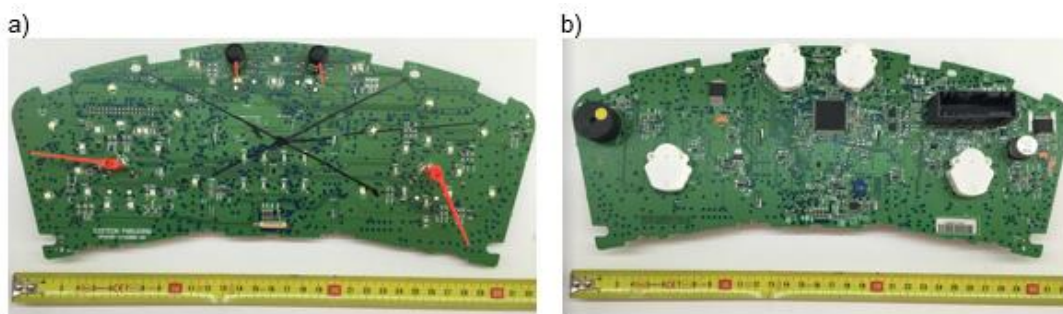


Figura 1.1 – Amostra de teste a) Vista frontal b) Vista traseira

1.4 Estrutura da Dissertação

A presente dissertação encontra-se estruturada em cinco capítulos ao longo dos quais se desenvolvem as matérias tratadas.

O capítulo 1 é de carácter introdutório onde é exposta a motivação deste trabalho bem como os objetivos a que se propõe.

No capítulo 2 é exposto todo o estudo referente ao estado da arte relacionado com o tema desta dissertação. O capítulo inicia-se com a explicação do conceito de ensaios acelerados de envelhecimento de produto. São também abordados os parâmetros destes ensaios, a sua metodologia e são referidos alguns equipamentos existentes comercialmente. A segunda parte do capítulo destina-se aos conceitos de biocorrosão e biodeterioração, onde são descritos os seus mecanismos e demonstrados resultados na superfície de diferentes materiais.

O capítulo 3 destina-se à descrição da conceção, projeto e produção do protótipo funcional. É neste capítulo que é exposta a solução encontrada para cumprir o objetivo tecnológico desta dissertação. É explicado detalhadamente todos os sistemas constituintes do protótipo funcional bem como os equipamentos escolhidos para cumprir os requisitos funcionais estabelecidos.

No capítulo 4 são demonstrados os resultados dos ensaios realizados para a validação do protótipo funcional.

O capítulo 5 destina-se às conclusões acerca dos resultados experimentais e à apresentação de desenvolvimentos futuros.

2 REVISÃO DO ESTADO DA ARTE

2.1 Introdução

Neste capítulo é apresentado a pesquisa bibliográfica realizada referente ao tema de trabalho desta dissertação. No § 2.2 é explicado o conceito de ensaios de envelhecimento acelerado, a relevância que estes possuem no desenvolvimento de um produto, como são designados e as variáveis que utilizam. O conceito de biocorrosão e de biofilme é abordado no § 2.3. Por fim, no § 2.4, é explicada a técnica de ensaios não destrutivos relacionada com este trabalho científico.

2.2 Ensaios de Envelhecimento Acelerado de Produto

A competitividade global do mercado para o desenvolvimento de novos produtos num curto espaço de tempo, leva as empresas a produzir de forma cada vez mais rápida para que não sejam ultrapassadas ou substituídas pelos concorrentes diretos. Um dos tópicos mais importantes na fabricação de um produto, quer para os produtores quer para os consumidores, é a sua fiabilidade. A informação referente a esta fiabilidade deverá ser obtida de forma rápida, resultando na realização de ensaios de envelhecimento acelerado de produto (2EAP) durante a sua fase de validação. Os produtos são concebidos para operarem sem falhas durante um longo período de tempo, e é extremamente difícil prever e avaliar a sua vida útil. Para contornar esta dificuldade, foram criados ensaios de EAP, onde são utilizados modelos teóricos e equipamentos para prever o seu funcionamento ao longo de vários anos ou décadas.

Um 2EAP consiste na realização de um ensaio de elevado *stress*, com o objetivo de diminuir o tempo de vida do componente, produto ou sistema ou de acelerar a degradação do seu desempenho. Num ensaio de elevado *stress* são utilizadas condições mais severas, relativamente às condições normais de funcionamento do produto [1]. Vassiliou e Mettas [2] mencionam que os ensaios acelerados de vida possuem o propósito de quantificar as características de vida de um produto nas condições normais de funcionamento, recorrendo ao aceleração dos seus mecanismos de falha.

O primeiro plano para um teste acelerado de vida surgiu na década de 60 por *Chernoff* [3]. Este plano consistia em utilizar uma distribuição exponencial, duas variáveis aceleradas e dados censurados. Na década de 70, Wayne B. Nelson e os seus colaboradores desenvolveram planos de envelhecimento para distribuições *Lognormal* e *Weibull* [3]. Desde então diversos autores estudaram novos modelos e a sua aplicabilidade aos diversos cenários.

Os ensaios de envelhecimento são extremamente importantes na indústria da fabricação, sendo utilizados com o intuito de avaliar ou demonstrar a fiabilidade dos componentes ou subsistemas, para certificar os produtos, comparar diferentes tipos de fabricantes e descobrir, ou testar, as falhas dos produtos. Testar os produtos, componentes ou sistemas em condições ambientais normais requer muito tempo e muitas variáveis, o que torna os testes de fiabilidade longos e dispendiosos se não forem utilizadas técnicas de envelhecimento precoce. Através dos ensaios de envelhecimento,

é possível prever a vida útil do produto, as condições normais de funcionamento, definir os períodos de garantia e de manutenção [4].

Para realizar estes ensaios alteram-se uma ou mais variáveis de aceleração como a temperatura, a humidade, a tensão elétrica, a pressão, a vibração, a radiação eletromagnética ou a taxa de uso. Os dados resultantes destes ensaios são depois extrapolados para as condições normais de uso, através do modelo mais apropriado. Estas variáveis de aceleração, ou seja, o *stress* poderá ser aplicado de diferentes formas, nomeadamente: carregamentos constantes, cíclicos, em escada ou por patamares, progressivos, com cargas aleatórias e a conjugação dos anteriores. A escolha do tipo de carregamento depende da finalidade do produto em teste. A Figura 2.1 – ilustra os diferentes carregamentos que podem ser aplicados num 2EAP.

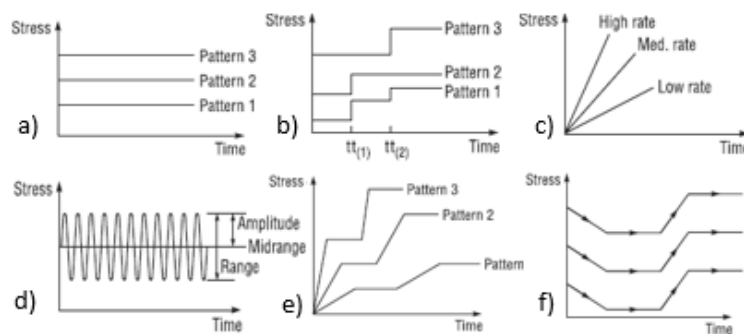


Figura 2.1 – Carregamentos utilizados nos 2EAP. a) Carregamento constante; b) Carregamento por patamares; c) Carregamento progressivo; d) Carregamento cíclico; e) Carregamento patamares-progressivo; f) Carregamento cíclico-progressivo-constante [4].

Escobar e Meeker [5] dividiram os testes de envelhecimento acelerado em duas áreas distintas: testes acelerados qualitativos (TAQual) e testes acelerados quantitativos (TAQuan)

2.2.1 Testes Quantitativos

Os testes quantitativos são testes designados para quantificar as características de vida de um produto, componente ou sistema sob as condições normais de funcionamento. Esta área de teste prevê o tempo até à falha do produto, *time-to-failure* (TTF), determina a vida útil do mesmo e a respetiva garantia [6]. Estes testes baseiam-se em modelos teóricos que relacionam as variáveis aceleradas e os tipos de falha que ocorrem. Os modelos classificam-se em três categorias:

- Modelos estatísticos
- Modelos físico-estatísticos
- Modelos físico-experimentais

Todos os modelos seguem o pressuposto de que falhas que ocorram nos produtos ou componentes sujeitos ao aceleração, surgem também quando estes estão nas condições normais de funcionamento [4, 5].

Tabela 2.1 - Modelos dos testes acelerados quantitativos.

Modelos estatísticos		Modelos físico-estatísticos	Modelos físico-experimentais
Paramétricos	Não Paramétricos		
Exponencial	Linear	Arrhenius	Electro Migração
Weibull	Risco Proporcional	Eyring	Falhas por Humidade
Rayleigh		Lei da Potência Inversa	Falhas por Fadiga
Lognormal		Combinação	
		Bazovsky	

Na Tabela 2.1 estão apresentados os modelos utilizados nos testes acelerados de vida quantitativos. Este tema não será aprofundado uma vez que este trabalho se relaciona com os testes acelerados de vida qualitativos, que vão ser explicados de seguida.

2.2.2 Testes Qualitativos

Os testes qualitativos informam sobre os modos de falha dos componentes, produtos ou sistemas. Estes testes pressupõem a utilização ou a combinação das variáveis de *stress*, tais como os ciclos de temperatura e vibração, e têm como objetivo identificar as falhas do produto que poderão ter ocorrido durante o seu processo de fabricação ou na conceção e *design*. Quando estas falhas ocorrem, é necessário encontrar a origem do problema e avaliar se estas acontecem nas condições normais de funcionamento. Caso se verifiquem, são necessárias mudanças no projeto ou no processo de fabricação [5]. Estes são referidos como [2]:

- *Elephant Tests*;
- *Highly Accelerated Life Test* (HALT);
- *Environmental Stress Screening* (ESS);
- *Burn-In*;

Os TAQual realizam-se sob elevados níveis de stress, onde poderão ser ultrapassados os limites de destruição do produto. As falhas que ocorrem durante o teste acelerado, poderão não ocorrer durante o seu uso normal, então os resultados obtidos não são extrapolados para as condições reais. Estes testes não são concebidos para prever ou quantificar a informação sobre a vida útil da amostra, ao contrário dos TAQuan.

2.2.2.1 *Elephant Test*

Segundo o autor Nelson, WB [3] este teste é referenciado também como *killer tests*, *design limits tests*, *design margin tests*, *design qualifications tests*, *torture tests* ou *shack and bake tests*. São utilizados na indústria como testes qualitativos de modo a descobrir os mecanismos de falha dos produtos onde as amostras são sujeitas a uma ou mais variáveis de stress, de uma forma constante ou sequencial. Habitualmente é utilizado mais do que um teste de elefante no mesmo produto, com o intuito de revelar mecanismos de falha distintos. Por exemplo, um teste que utiliza a tensão elétrica como variável vai revelar falhas elétricas, num teste de vibração as falhas que ocorrem são de origem mecânica. Várias empresas utilizam testes standardizados em determinados produtos, seguindo as normas militares Norte Americanas.

Os resultados obtidos através dos *elephant tests* permitem aos engenheiros melhorar o produto, eliminando a origem das falhas encontradas. Um teste é bem sucedido quando o mecanismo a falha encontrado no teste acelerado, ocorre também nas condições de serviço.

A analogia com o elefante prende-se com o facto de obter um produto robusto numa fase inicial do projeto, evitando assim mudanças significativas numa fase mais adiantada, o que acarreta despesas elevadas [8].

2.2.2.2 *High Accelerated Life Tests (HALT)*

Este teste é semelhante aos tradicionais testes acelerados de vida, tendo como objetivo determinar os limites operacionais e de destruição do produto ensaiado, as razões da sua existência e a forma de aumentar os seus limites. Os HALT aplicam níveis de *stress* cada vez mais elevados de forma a forçar as falhas no produto num curto espaço de tempo. Estes testes utilizam a combinação de vibrações em todos os eixos com diferentes níveis de temperatura e humidade. As condições de testes são muito superiores às condições de funcionamento. Com os resultados dos HALT, é possível melhorar o desenho/projeto do produto, aumentando a sua robustez e minimizando a possibilidade de serviços de garantia dispendiosos [9].

O procedimento do HALT envolve:

1. Aquecimento e arrefecimento da amostra
2. Ciclos térmicos onde existem transições rápidas de temperatura
3. Vibração
4. Combinação entre vibrações e ciclos térmicos

2.2.2.3 *Environmental Stress Screening (ESS)*

Segundo Vassilou e Mettas [2], *Environmental Stress Screening (ESS)* ou *Environmental Stress Testing (EST)*, é um processo que envolve a aplicação de estímulos ambientais aos produtos (geralmente eletrónicos ou eletromecânicos) de um modo acelerado. O objetivo é expor, identificar e eliminar os defeitos latentes que não são visíveis por inspeção visual e que não se manifestam quando sujeitos a testes elétricos.

Este teste deve ser realizado em modelos iniciais de produção para identificar qualquer tipo de defeito nos componentes ou no processo de fabricação, de modo a melhorá-lo, bem como aumentar a fiabilidade e reduzir custos de manutenção para o cliente e fornecedor. As variáveis de aceleração utilizadas neste teste são aumentadas incrementalmente, até atingirem 20% a 30% dos requisitos normais de funcionamento. Se durante o teste ocorrer o aparecimento duma falha, a amostra deve ser reparada e submetida a um novo teste e assim sucessivamente, até serem alcançadas as gamas de valores acima referenciadas [12].

As variáveis de teste, neste ensaio, são escolhidas com base nos requisitos do cliente, tecnologias usadas nos componentes e fiabilidade de produtos semelhantes. São estas [12]:

- Temperatura;
- Tensão;
- Ciclos de temperatura;
- Ciclos de arranque/paragem;
- Choque térmico;
- Descarga electroestáticas.

2.2.2.4 *Burn-in Test*

Os testes de *Burn-in* são aplicados aos componentes durante o processo de fabrico. Segundo a norma MIL-STD-S83E [13] este tem o propósito de identificar e eliminar os componentes marginais, ou seja, componentes com defeitos inerentes ou com defeitos resultantes do processo de fabrico.

Os componentes são submetidos a combinações de temperaturas elevadas, ciclos de temperatura, tensão elétrica, stress mecânico, etc. As falhas identificadas são analisadas, descobrindo-se a sua origem, e consequentemente corrigidas [2]. Caso estes componentes não fossem testados, os dispositivos resultantes possuíram uma taxa de avaria elevada e precoce no seu normal funcionamento. Vassilou e Mettas [2] referem que o teste *Burn-In* é um caso especial do ESS.

2.2.3 Tipos de Aceleração

Existem três tipos de aceleração a ser utilizados nos ensaios acelerados [2, 4, 7]:

- Aumento da taxa de uso - Neste caso o produto é submetido a um uso superior para o qual foi concebido, diminuindo assim o seu tempo de vida. Se uma máquina de lavar roupa é concebida para trabalhar durante 2h por dia, quando se aplica um teste de envelhecimento acelerado esta é submetida a um funcionamento de 24h sem interrupção, sendo este teste designado por *Reduced off Time*. Se um motor for produzido para trabalhar a 2000 rpm, no ensaio de envelhecimento o mesmo é colocado a trabalhar a 5000 rpm, sendo este teste designado por *Faster*. Neste tipo de teste as cargas utilizadas são as mesmas verificadas em condições normais, aumentando somente a frequência com que atuam. É de salientar que, ao aumentar a taxa de uso, outras variáveis também poderão aumentar, como por exemplo a temperatura, inviabilizando assim os resultados finais obtidos.

- Aumento da taxa de degradação - Neste tipo de aceleração há um aumento nas variáveis de *stress*, tais como a temperatura e humidade, com o objetivo de acelerar o processo químico de degradação do produto até este tornar-se inoperante. É necessário um profundo conhecimento do comportamento dos materiais constituintes do produto testado, bem como os fenómenos físicos e químicos que podem ocorrer.

- Aumento da carga - Neste teste a magnitude da carga é aumentada, antecipando assim a ocorrência de um determinado modo de falha. A tensão elétrica, esforços mecânicos, temperatura e pressões de operação são exemplos de variáveis que podem ser utilizadas nestes testes e em simultâneo, desde que os seus efeitos característicos sejam independentes e devidamente controlados. Neste teste é de salientar a



importância do fator de aceleração, que permite a redução do tempo de ocorrência de um determinado modo de falha. Se o fator de aceleração escolhido não for o correto, podem surgir falhas que não são características nas condições normais de funcionamento.



2.2.4 Equipamentos disponíveis comercialmente

A realização dos ensaios qualitativos de envelhecimento de produto só é possível utilizando equipamentos dedicados para tal. Estes equipamentos resumem-se a câmaras que permitem controlar as variáveis de aceleração até níveis extremos.

A *Thermotron®* [14] é a maior fabricante de equipamentos de teste ambiental da América do Norte. Esta empresa fabrica vários equipamentos de teste ambiental de alto rendimento nomeadamente: câmaras HALT HASS, câmaras AGREE, câmaras de Altitude e câmaras de choque térmico. Estes equipamentos são utilizados pelas indústrias militares, aeroespacial, eletrónica, automóvel e de telecomunicações.



Tabela 2.2 - Equipamentos produzidos pela empresa *Thermotron®*

	Nome	Descrição	Características	Ordem de preços
	High Accelerated Life Test/High Accelerated Stress Screening (HALT/HASS)	A câmara HALT HASS permite realizar 2EAP envolvendo valores extremos de temperatura e a vibração.	- 100 °C até 200 °C $\Delta T = 70^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 2 Hz até 2000 Hz Mesa de vibração com 6 eixos	900000€
	AGREE	A câmara AGREE possibilita 2EAP utilizando como variáveis a temperatura ou a temperatura e a humidade. Uma mesa de vibração pode ser adicionada a estas câmaras	$\Delta T = 5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ até $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 20 a 95% HR LN ₂ e CO ₂ Boost	200000€

	<i>Automated Thermal Stress Systems (ATSS)</i>	Esta câmara possui duas zonas de ensaio, uma fria e uma quente.. ATSS foi concebida para realizar choques térmicos.	Zona fria -73 °C a 180 °C Zona quente 25 °C a 215 °C	80000€
	<i>Altitude Chamber</i>	A câmara de altitude combina a temperatura com a altitude e tem como opção o uso da humidade..	-73 °C a 177 °C 20% a 95% HR Altitude até 30,5 Km	50000€

A *Aralab®* [15] é uma empresa portuguesa especializada na conceção, desenvolvimento, fabricação e manutenção de câmaras climáticas de alta qualidade e salas de ambiente controlado. Trabalha diretamente para as áreas farmacêuticas e de biotecnologias, e realiza também ensaios climáticos para a indústria.

Tabela 2.3 - Equipamentos produzidos pela empresa *Aralab®*

	Nome	Descrição	Características	Preço
	FitoClima Reach-In	<p>Câmara climática concebida para ensaios de simulação ambiental. Nesta câmara é possível realizar testes térmicos ou climáticos, simulação e exposição ao clima, mudanças de temperatura, testes de envelhecimento e ensaios de stress.</p>	<p>- 20 °C até 180 °C 10 a 98% HR Vol interno = 300 m³ a 1500 m³</p>	40000€
	FitoClima Walk-In	<p>De construção e durabilidade superiores, permitem a realização de testes térmicos ou climáticos, simulação e exposição ao tempo, mudanças de temperatura, testes</p>	<p>- 10 °C até 150 °C 10 a 98% HR Vol interno = 8000 m³ a 18000 m³</p>	80000€

de envelhecimento e
ensaios de stress.

2.3 Degradação de produtos eletrônicos induzido por microrganismos

A biodegradação é o processo no qual existe uma degradação dos materiais induzida pelos produtos metabólicos de organismos vivos, ou seja, existe uma transformação nas propriedades químicas e físicas do material que conduz a uma diminuição de qualidade nos produtos constituídos pelo mesmo. Alguns autores [16] defendem que existem diferenças entre os termos biodegradação e biodeterioração. No primeiro caso existe uma modificação de produtos úteis, ou seja, há uma quebra de moléculas em nutrientes que podem ser usados por outros organismos. No segundo há uma conversão de produtos úteis em lixo. Estes processos também divergem na extensão do processo sendo que a degradação é um fenómeno microscópico enquanto que a deterioração é um fenómeno macroscópico [16]. O efeito dos microrganismos na corrosão também é conhecido como MIC (Corrosão Induzida por Microrganismos) [17].

Existe uma grande variedade de microrganismos, aeróbicos e anaeróbicos, capazes de iniciar e acelerar os processos de corrosão e degradação. A maioria dos estudos realizados sobre os mecanismos de biocorrosão incidem-se em bactérias redutoras de sulfato. Além destas também os biofilmes, as bactérias produtoras de ácidos fracos e os fungos têm uma participação ativa no fenómeno da corrosão. Os últimos estão envolvidos na corrosão do alumínio e respetivas ligas através de um processo no qual os seus ácidos atacam as matrizes do material. Os fungos são também causadores de degradação em pedras ornamentais, cimento e em polímeros, sendo estes materiais utilizados para a construção de estruturas bem como proteção contra a corrosão em metais [18].

Tabela 2.4 - Microrganismos responsáveis por biodegradação em equipamentos eletrônicos [16].

Material	Microrganismos
Cabos	<i>Alcagenes denitrificans</i> , <i>Aspergillus sp.</i> , <i>Bacillus cereus</i> , <i>Bacillus circulans</i> , <i>Bacillus subtilis</i> , <i>Ochrobatrium anthropi</i> , <i>Penicillium sp.</i> , <i>Pseudomonas aeruginosa</i> , <i>Pseudomonas veronii</i> , <i>Tricoderma</i> , <i>Vibrio harveyi</i> , <i>Xanthomonas maltophilia</i>
Metal	<i>Desulfovibrio desulfuricans</i>
Papel de isolamento	<i>Cladosporium sp.</i> , <i>Penicillium sp.</i>
Circuitos impressos	<i>Aspergillus flavus</i> , <i>Aspergillus niger</i> , <i>Aspergillus versicolor</i> , <i>Chaetomium globosum</i> , <i>Glicadium virens</i> , <i>Penicillium pinophilum</i>
Transformadores	<i>Mycobacterium sp.</i> , <i>Pseudomonas sp.</i>

O efeito que os microrganismos possuem na corrosão de metais foi descoberto pelo cientista alemão Von Wolzogen Kuhr em 1922. Este descobriu que as células anaeróbicas redutoras de sulfato contribuem diretamente para a corrosão do ferro através da remoção de hidrogénio acumulado na zona catódica da sua superfície. A partir daí, a influência dos microrganismos na corrosão foi estudada em diversos materiais industriais nomeadamente os utilizados em petrolíferas, *pipelines*, navios, instalações de produção química, armamento, centrais nucleares, sistemas de distribuição de água e indústria alimentar [18].

O estudo científico da biocorrosão em equipamentos eletrotécnicos teve origem no sudoeste Asiático em 1940, durante a segunda guerra mundial. Os microrganismos foram apontados como a causa da degradação observada em equipamentos técnicos e estação de rádio militares [26].

As PCB são constituídas por películas de material condutor e películas de material não condutor. As mais utilizadas na indústria automóvel são compostas por pistas de cobre embutidas em FR-4, um material polimérico constituído por fibra de vidro impregnado numa resina epóxi [19]. Os componentes constituintes das PCB, tais como *leds*, *chips*, condensadores, etc, são soldados à mesma.

2.3.1 Mecanismos de biodegradação

A corrosão é uma reação eletroquímica que envolve a transferência de elétrons entre o metal e o ambiente, resultando numa libertação de iões da superfície metalizada. O processo decorre através de reações de oxidação e redução, sendo a primeira denominada de reação anódica (perda de elétrons) e a segunda como reação catódica (ganho de elétrons). Os microrganismos que se desenvolvem na superfície do metal afetam a cinética das reações anódicas e catódicas [17].

A presença de resíduos inorgânicos e as diferenças de concentração de oxigénio e cloreto, são parâmetros importantes para determinar os mecanismos de corrosão tal como a sua extensão. As comunidades que as células bacterianas formam na superfície dos materiais, designado de biofilmes, alteram o ambiente circundante da superfície, tornando-o mais ácido devido à produção de ácidos fracos e a ação de enzimas provenientes destes biofilmes, promovendo condições para iniciar o processo da dissolução dos metais. A adesão dos microrganismos às superfícies dos metais resulta numa alteração eletroquímica estimulando as reações químicas entre o ânodo e o cátodo [18].

Os biofilmes resultam da agregação de células bacterianas na superfície dos metais, onde estas crescem, reproduzem-se e produzem substâncias poliméricas extracelulares (EPS) que as protegem do meio ambiente e que incluem macromoléculas tais como as proteínas, os polissacarídeos, ácidos nucleicos e lípidos [20]. As EPS formam a estrutura do biofilme, isto é, servem como âncora para os microrganismos fornecendo nutrientes e estabilidade mecânica e conferindo proteção contra agressões ambientais e agentes antibacterianos [21]. As células bacterianas criam diferentes condições no interior do biofilme, nomeadamente a alteração pH, estimulando reações químicas [20].

Todas as bactérias necessitam de iões metálicos para o seu crescimento e desenvolvimento. A disponibilidade e tipo de iões (o tipo e a reatividade são determinados pelo estado de oxidação do metal) são suscetíveis de ter um efeito sobre a colonização de uma superfície de metal. A degradação localizada da superfície do metal ocorre como resultado da atividade fisiológica dos microrganismos constituintes do biofilme. Dependendo do metabolismo da espécie, a degradação da superfície metálica é resultante da extração direta de iões pelo biofilme ou da ação dos ácidos fracos produzidos [22].

As células bacterianas aderem a superfícies através da atração electrostática, forças gravíticas, forças de atração van der Waals, movimentos Brownianos, interações hidrofóbicas ou simplesmente por colisão aleatória com a mesma, começando desde logo a formar colónias [18, 23].

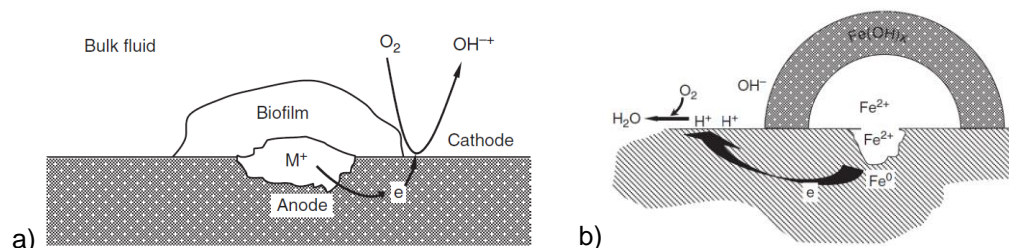


Figura 2.2 - Representação de um biofilme na superfície do metal a) Esquema da transferência de elétrons entre o ânodo e o cátodo sob condições aeróbicas b) formação de nódulos [18].

Os organismos mais conhecidos por criar corrosão local são as bactérias de oxidação ferro e manganês (FeOB e MnOB). Estas bactérias oxidam o Fe^{2+} em Fe^{3+} para obter energia. A presença das células bacterianas, de EPS e dos óxidos de ferro desenvolvem uma estrutura de três camadas denominada de nódulos. Estes nódulos excluem o oxigénio da área inferior e inicia uma série de eventos corrosivos sendo que área coberta pelo biofilme atua como o ânodo enquanto que o meio exterior opera como o cátodo. Com a transferência de elétrons entre o ânodo e o cátodo inicia-se a corrosão resultando numa dissolução da superfície metálica, degradando-a [18, 20]

Os microrganismos aceleram a corrosão de estruturas metálicas através dos seguintes mecanismos [29]:

- Biodeterioração dos revestimentos anticorrosão aplicados nas superfícies metálicas.
- Consumo de oxigénio local, produzindo diferentes concentrações e promovendo o aparecimento de células corrosivas.
- Produção de metabolismos que aumentam as concentrações químicas do meio.
- Depolarização catódica do processo de corrosão.
- Produção de amónia.

Os polímeros são atacados pelas bactérias e fungos diretamente nas suas cadeias de ligação, reduzindo-as e eliminando os seus fragmentos. A biodegradação provoca alterações nas propriedades mecânicas e nas propriedades físico-químicas dos

polímeros. Os fatores que afetam este processo são o reduzido grau de cristalinidade, baixo peso molecular, a elevada proporção da região amorfa do polímero, a presença de amido e éster e a higroscopicidade do material [24].

As poliimidas são utilizados na indústria eletrônica como isolantes dada a sua resistência a altas temperaturas e a baixa condutividade térmica. Só recentemente é que a biodeterioração destes polímeros foi investigada e os resultados demonstram que estes são suscetíveis de deterioração por fungos. A biodegradação dos poliimidas é lenta em condições ambientais normais mas é acelerada em ambientes húmidos ou em ambientes fechados, resultando numa alteração das propriedades dielétricas dos polímeros. O aparecimento de biofilmes causa alteração nas propriedades físicas do polímero levando à sua degradação. Este processo divide-se em duas fases sendo a primeira a diminuição da resistência de revestimento devido à penetração parcial da água e de iões na matriz do polímero. Posteriormente existe uma diminuição significativa da resistividade devido à ação dos fungos [25].

Os microrganismos atuam na camada fina de água que se forma na superfície do material isolante. A espessura desta camada depende da humidade relativa e das propriedades de superfície do isolante. Esta camada pode ser atacada por fungos de diferentes maneiras [26]:

- Oxidação enzimática: A formação de grupos hidrófilos (forte interação com H_2O) na superfície do isolador permite a penetração das moléculas de água no material, surgindo um aumento da concentração de humidade no mesmo e facilita o transporte das enzimas promotores de biodegradação.
- Desenvolvimento do micélio na superfície do material isolante: Além da danificação da estrutura do isolante, existe também um aumento da sua condutividade.
- Deposição de substâncias condutivas tais como ácidos ou sais.

2.3.2 Desenvolvimento do Biofilme

O desenvolvimento dos biofilmes na superfície dos materiais é dividido em diferentes fases, como se encontra ilustrado na Figura 2.3.

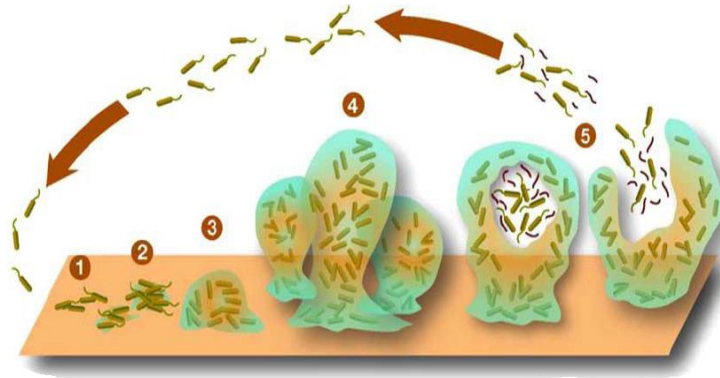


Figura 2.3 - Modelo de desenvolvimento de um biofilme bacteriano [28].

A adesão das células bacterianas à superfície do material é uma fase crucial do processo. Estas aderem às superfícies através de forças que já foram mencionadas no subcapítulo anterior. O processo de adesão é afetado por diversos fatores, tais como, a concentração de bactérias na solução, as propriedades da superfície do material alvo, a temperatura, o tempo de exposição das bactérias com a superfície, a presença de proteínas e de substâncias bactericidas. A adesão inicia-se com uma fase instantânea e reversível e após decorrer um determinado tempo dá-se a fase dois, fase irreversível, onde as reações entre as estruturas moleculares das CB e as superfícies do substrato se tornam predominantes [27]. Nesta segunda fase da adesão a remoção dos microrganismos só é possível com intervenção mecânica ou química [28].

Após o processo de adesão, inicia-se o processo de maturação do biofilme. Na fase três, designada como maturidade precoce, este começa a adquirir uma forma tridimensional. Na fase quatro, o biofilme encontra-se totalmente desenvolvido exibindo uma arquitetura complexa. Na quinta fase é atingida uma determinada massa crítica e o equilíbrio dinâmico é alcançado. A comunidade de microrganismos desenvolve cavidades ocas no interior do biofilme, libertando células passíveis de colonizar novas superfícies e desenvolver novos biofilmes. Esta fase é designada de dispersão [28].

2.3.3 Resultados da biodegradação/biodeterioração

Radu *et al* [29] realizaram uma análise sobre o efeito dos microrganismos em materiais utilizados na engenharia eletrônica. O estudo revelou que a taxa de corrosão aumenta até dez vezes com a presença de biofilmes. Neste trabalho científico foram analisados os efeitos que o fungo *Aspergillus niger* exerce sobre os ímanes de neodímio, folhas de cobre e liga de carbono S235J2G3.

No ensaio ao NdFeB as amostras foram expostas a uma solução de Czapek-Dox estéril e infetada pelo fungo *Aspergillus niger* durante 120 horas. No meio estéril, surge ferrugem (Figura 2.4) enquanto que no meio infetado o constituinte do metal é dissolvido. A análise realizada à intensidade do campo magnético revela que esta diminuiu cerca de 25% depois de sofrer biocorrosão [29].

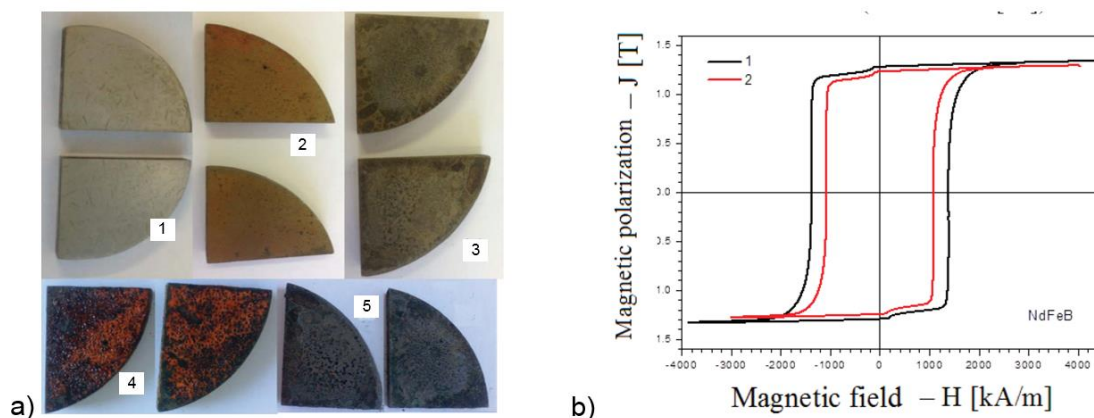


Figura 2.4 - Análise do íman NdFeB a) Imagens da corrosão química (2) e microbiana (3) em amostras magnetizadas (4 e 5) e desmagnetizadas (2 e 3), b) Intensidade do campo magnético antes (1) e depois (2) da exposição aos microrganismos [29].

As folhas de cobre e a liga de carbono S235J2G3 foram expostas à mesma solução infetada com *Aspergillus niger* durante as mesmas 120 horas. No caso do cobre os resultados dos testes gravimétricos, eletroquímicos e raio-X demonstram que a taxa de corrosão aumenta cerca de oito vezes com a presença dos microrganismos. Nos ensaios realizados à liga de carbono os resultados demonstraram que taxa de corrosão aumenta três vezes numa solução com sacarose enquanto que numa solução sem sacarose a taxa aumenta cerca de nove vezes [29].

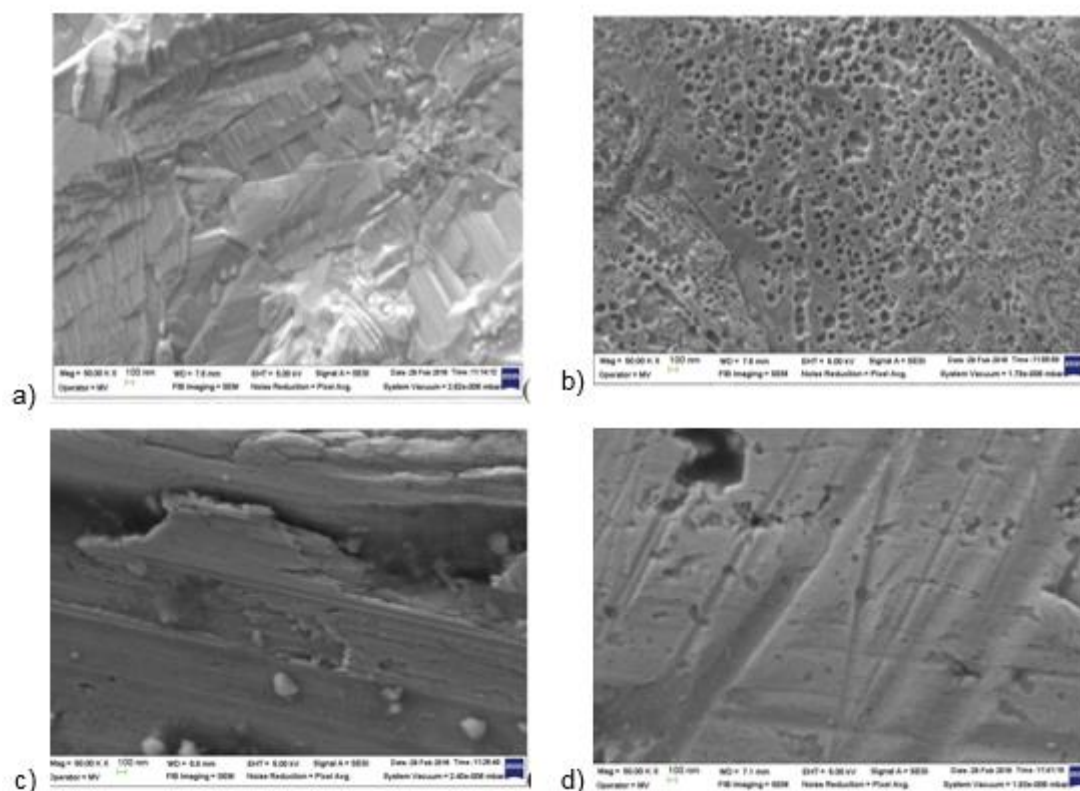


Figura 2.5 - Folha de cobre a) antes e b) depois e liga de carbono S235J2G3 c) antes e d) depois de expostas aos microrganismos durante 120 horas [29].

O cobre, e as suas respectivas ligas, é conhecido pela resistência à corrosão, a boa maquinabilidade, a elevada condutividade térmica e elétrica. Chen S., Wang P. e Zhang D. [30] conduziram uma atividade experimental onde demonstraram o efeito que a corrosão produz no cobre utilizando bactérias redutoras de sulfato. Os resultados desta experimentação demonstraram que as substâncias poliméricas extracelulares produzidas pelas bactérias formam um biofilme resistente à toxicidade do cobre, promovendo assim a corrosão na superfície do mesmo. Os ensaios foram realizados em discos de cobre com 10 mm de diâmetro e 4 mm de espessura. Antes do ensaio as amostras foram polidas, lavadas com água destilada, desengorduradas com álcool etílico, secadas com nitrogénio puro e expostas a radiação ultravioleta durante 30 min para serem esterilizadas.

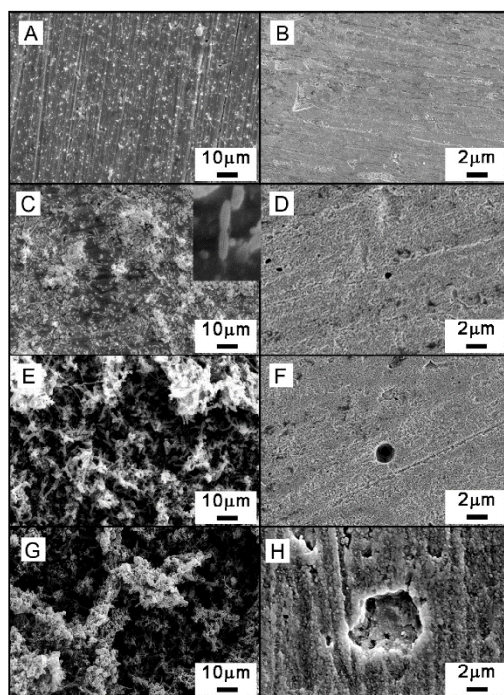


Figura 2.6 – Efeito de biocorrosão no cobre causado por CB redutoras de sulfato.

A Figura 2.6 ilustra a evolução da superfície do cobre ao longo de 14 dias. Em A) observa-se o aparecimento de células bacterianas após uma exposição de 2h. Ao fim de 1 dia de ensaio as células bacterianas reproduziram-se e dividiram-se (C), conseguindo sobreviver à toxicidade do cobre. Em E) e G) observa-se o biofilme formado pelas mesmas. Após a remoção do biofilme e dos agentes corrosivos da superfície do cobre, observa-se o surgimento de cavidades B), D), F) e H) à superfície sendo o seu diâmetro maior consoante a duração do ensaio. Ficou assim provado que, apesar da resistência do cobre aos microrganismos, estes conseguem provocar danos na sua superfície alterando as suas características [30].

No Instituto de Bioengenharia e Biociências (iBB) do Instituto Superior Técnico (IST) da Universidade de Lisboa (UL) foram realizadas experiências utilizando uma comunidade de bactérias *Rhodococcus erythropolis*. Estas ficaram em contacto com um fio de cobre e após 12 horas de exposição foi possível observar o fenómeno de biocorrosão. A Figura 2.7 ilustra o resultado da degradação da superfície do fio de cobre bem como a estrutura de um biofilme que se formou na superfície de cobalto de cromo.

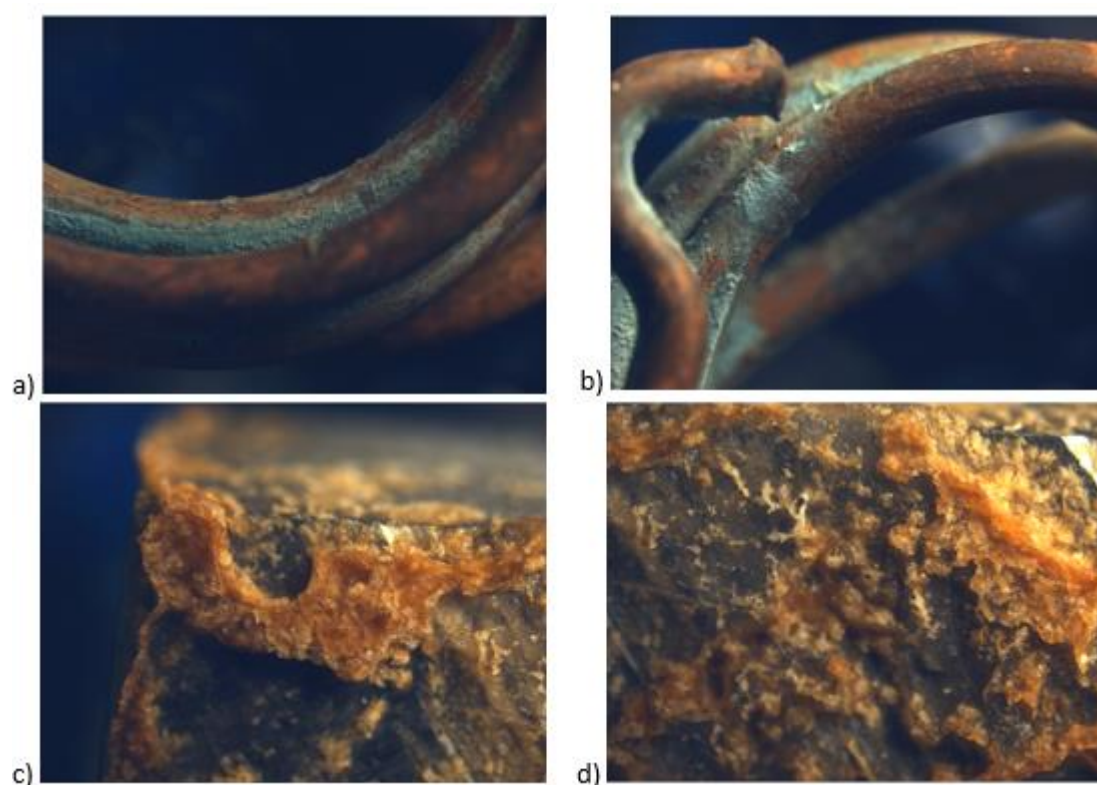


Figura 2.7 - Efeito da *Rhodococcus erythropolis* na superfície a) e b) fio de cobre e c) e d) cobalto de cromo.

2.4 Ensaios Não Destrutivos utilizando Células Bacterianas

O tema de trabalho desta dissertação surgiu na sequência do desenvolvimento de uma nova técnica de ensaios não destrutivos utilizando células bacterianas. Santos T., Miranda R. e de Carvalho C. [31] utilizaram a bactéria *Rhodococcus erythropolis* para detectar microdefeitos superficiais em alumínio, aço e cobre.

A metodologia deste processo é idêntica aos ensaios não destrutivos com líquidos penetrantes. As células bacterianas são aplicadas à superfície a inspecionar e segundo a capilaridade, molhabilidade e viscosidade da solução onde se encontram, estas penetram e aderem-se aos defeitos existentes. Nesta técnica é crucial controlar o tempo de exposição das bactérias para evitar a formação de biofilmes na superfície do material [31].

Esta técnica explora várias propriedades das CB, tais como: dimensões reduzidas, alta capacidade de penetração, mobilidade, adesão, reprodutibilidade e morte, fluorescência, propriedades exotérmicas/endotérmicas e a suscetibilidade a campos magnéticos e elétricos. Estas duas últimas propriedades são particularmente interessantes uma vez que melhoram a eficiência do processo na fase de adesão e penetração das CB [31].

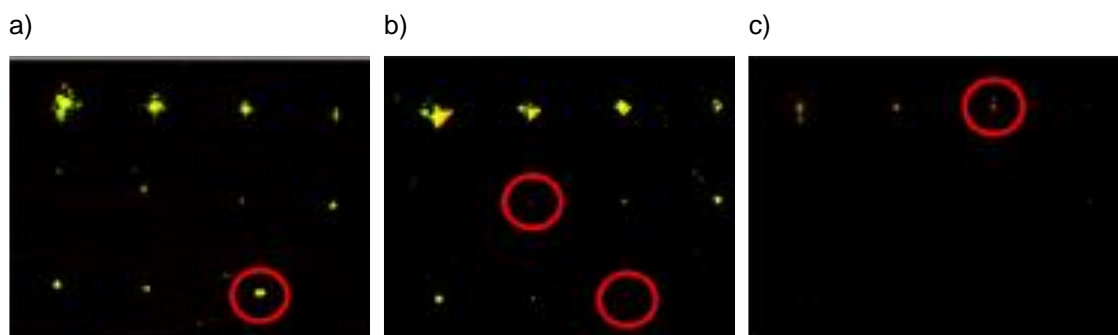


Figura 2.8 - Concentração das CB nos defeitos superficiais em a) alumínio, b) aço e c) cobre

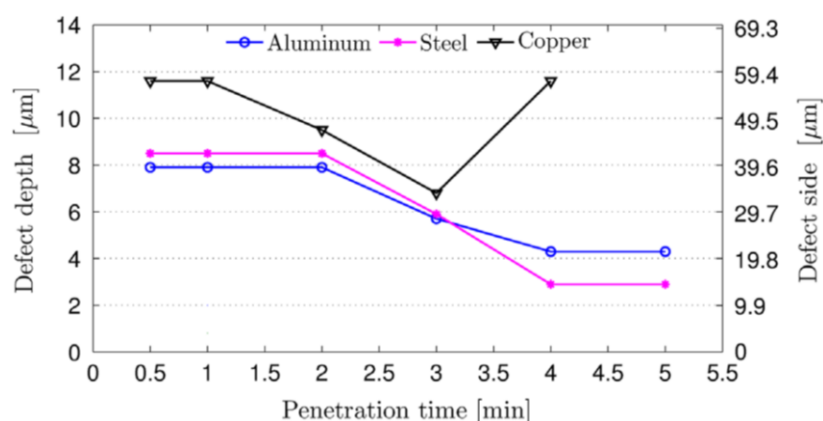


Figura 2.9 - Limite de detetabilidade com o tempo de penetração das células das CB nas indentações superficiais em alumínio, aço e cobre [31].

Para validar esta técnica os autores realizaram indentações de diferentes cargas, resultando em diferentes dimensões, na superfície do aço AISI 304L, da liga de alumínio AA1100 e em cobre eletrolítico. As CB foram depositadas na superfície de cada material e de seguida foi removido o excesso de líquido. Os ensaios realizaram-se com diferentes períodos de tempo, variando de 30 seg a 5 min, de forma a avaliar o melhor tempo para a entrada das CB nos defeitos sem a formação de biofilmes. Seguidamente, as amostras foram inspecionadas num microscópio de fluorescência, onde é possível observar a fluorescência das CB no interior dos defeitos (Figura 2.7).

2.5 Síntese do capítulo

Neste capítulo foi exposta a pesquisa bibliográfica efetuada para o âmbito desta dissertação. Iniciou-se com a explicação do que são os ensaios de envelhecimento de produto, como são realizados e que variáveis utilizam. Foi apresentada a diferença das duas áreas onde estes operam (quantitativa e qualitativa). A parte referente aos 2EAP finalizou com a apresentação de alguns equipamentos disponíveis comercialmente.

Foram expostos e explicados os conceitos de biodegradação e biodeterioração, a influência dos microrganismos na interação com determinados materiais e a teoria de desenvolvimento de um biofilme.

O capítulo termina com a explicação de um ensaio não destrutivo que recorre a fenómenos biológicos para detetar defeitos superficiais em metais.

3 DESENVOLVIMENTO DO PROTÓTIPO FUNCIONAL

3.1 Introdução

A conceção, desenvolvimento, produção e instrumentação do protótipo funcional são descritos ao longo deste capítulo.

A construção deste protótipo tem como finalidades criar um ambiente com as condições ideais para o crescimento e reprodução das células bacterianas, por forma a maximizar os fenómenos de degradação dos componentes devido a estas. O controlo de todo o processo é realizado a partir de um *software* dedicado. Dado ser um processo de envelhecimento inovador, não existe equipamento específico para tal. A sua conceção foi baseada em câmaras climáticas já utilizadas pela indústria em ensaios de envelhecimento e que foram descritos no §2.2.4.

Este equipamento envolve três componentes distintos: estrutural (§3.3.1 e 3.3.2), térmico (§3.3.3), instrumentação e controlo (§3.4 e 3.5). O equipamento foi produzido e instalado no LabEND da FCT-UNL.

3.1 Requisitos Funcionais

Os requisitos funcionais do equipamento customizado para 2EAP foram identificados tendo em consideração a informação que se pretende obter do ensaio e depois de analisada as condições ideais de vida das células bacterianas. É necessário produzir um dispositivo que permita um ambiente controlado, mantendo a temperatura constante ao longo do tempo, não existindo perturbações para as CB. O objetivo é que estas se desenvolvam e reproduzam aumentando a possibilidade de sucesso do ensaio, ou seja, a degradação controlada dos produtos. Nesse sentido, os principais requisitos estão apresentados na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Requisitos do protótipo funcional.

Requisito	Detalhes
Sistema estanque e hermético	A temperatura no interior da câmara de ensaio tem de ser constante com o intuito de proporcionar condições de sobrevivência às CB.
Controlo de exposição do produto às bactérias	Pretende-se que o protótipo funcional permita controlar o tempo de exposição da amostra com as CB, sem a intervenção direta do operador.
Condições atmosféricas controláveis	Para obter uma temperatura constante no interior do protótipo é necessário instalar equipamentos que permitam o aquecimento, o arrefecimento e a circulação do ar.
Instrumentação	A integração de sensores de medição no protótipo funcional é indispensável de modo a ser possível controlar e monitorizar as variáveis durante a realização do ensaio.
Facilidade utilização	O protótipo funcional terá que proporcionar uma fácil e rápida colocação e substituição quer da amostra, quer do recipiente onde se encontram as CB.
Automatização	Todos os sistemas integrantes protótipo deverão ser controlados a partir de um computador. Deste modo é possível a repetibilidade dos ensaios.
Custo reduzido	O protótipo funcional deve utilizar componentes estandardizados com a finalidade de simplificar a sua produção e proporcionar uma solução económica.

3.2 Conceção do equipamento

O objetivo principal deste protótipo funcional é criar um ambiente favorável às células bacterianas, onde a temperatura seja controlável e tendencialmente constante. As paredes da câmara de ensaio, onde as CB se encontram, são constituídas por um material com baixa condutividade térmica, para que as transferências de calor sejam mínimas. Além do isolamento térmico, é necessário garantir um ambiente onde exista o mínimo de perturbações possíveis. Sendo assim, todas as ventoinhas, responsáveis pela distribuição do ar dentro do protótipo, foram instaladas fora da câmara de ensaio. Uma abordagem ao problema consistiu em inserir a câmara de ensaio (estanque) no interior de outra câmara, com dimensões ampliadas, criando uma caixa de ar entre as paredes de ambas. Os equipamentos dedicados ao arrefecimento, aquecimento e circulação de ar foram instalados nessa mesma caixa.

No interior da câmara estanque, foi instalada uma estrutura capaz de suportar a placa PCB e o sistema eletromecânico constituído por dois motores passo a passo responsáveis pelo movimento vertical da amostra, e um terceiro motor passo a passo responsável pela rotação.

Os instrumentos responsáveis pela medição da temperatura foram distribuídos pelo protótipo, sendo um instalado no interior do recipiente onde se encontram as CB, três na caixa de ar e dois no exterior do protótipo. O sensor de pH e o sensor de humidade foram também instalados no recipiente com a solução. Estes instrumentos, juntamente com os componentes de aquecimento e arrefecimento, permitem manter uma temperatura constante no interior do protótipo sendo o seu controlo feito através de um controlador proporcional integral derivativo (PID). Os componentes são ativados quando os instrumentos de medição de temperatura sofrem alterações.

3.3 Projeto e produção do protótipo funcional

Depois de identificado os requisitos funcionais e definido conceptualmente o protótipo funcional, iniciou-se a sua modelação geométrica tridimensional recorrendo ao *software* de modelação *SolidWorks®*. O projeto foi sofrendo alterações à medida que eram identificados erros ou encontradas melhores soluções de produção. A modelação e construção deste protótipo divide-se em valências, ou seja, em sistemas desacoplados desde as câmaras de ensaios correspondentes ao chassi do protótipo, ao sistema eletromecânico, ao sistema térmico e à instrumentação. Para todos os casos foram procuradas soluções construtivas que privilegiam a utilização de componentes *standard* e de baixo custo.

Uma parte significativa das peças utilizadas neste protótipo foram produzidas recorrendo à impressão 3D, utilizando o equipamento *PrusaI3*®. Esta metodologia permite a produção de peças complexas, de uma forma simples, que seriam mais difíceis de obter recorrendo a outros processos. Todas as peças produzidas em 3D encontram-se representadas a encarnado na Figura 3.1.

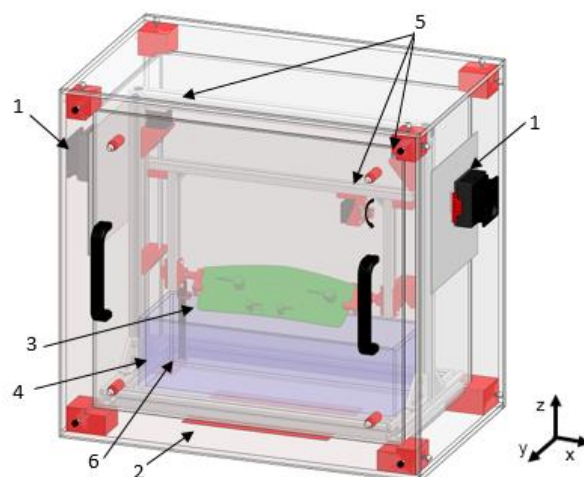


Figura 3.1 - Modelação triaxial do protótipo funcional. 1) Sistema de arrefecimento que inclui módulo Peltier, dissipador com ventoinha acoplada e chapa de alumínio; 2) Resistência de aquecimento; 3) Placa PCB; 4) Recipiente da solução; 5) Motores passo a passo unipolares; 6) Sensor pH.

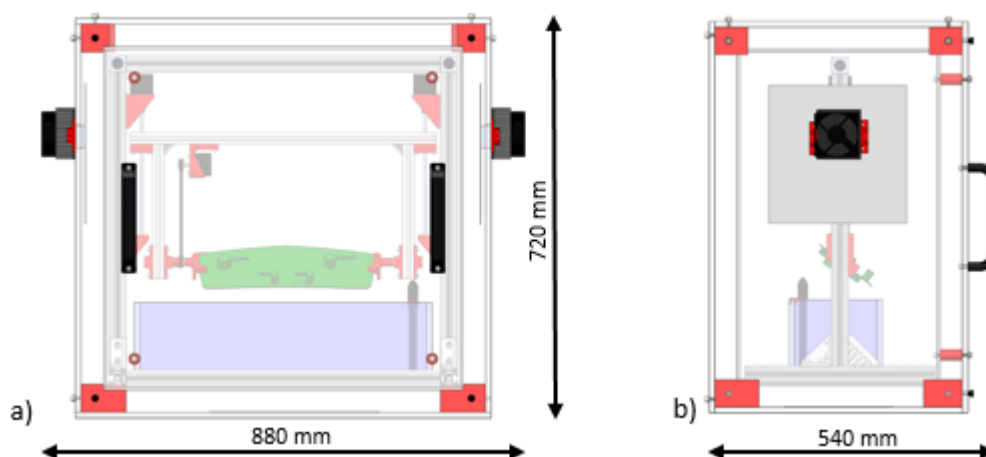


Figura 3.2 – Quotas de atravancamento do protótipo funcional a) vista frontal, b) vista lateral.

3.3.1 Chassis do protótipo funcional

Como foi referido anteriormente, o chassis do protótipo funcional corresponde às paredes das câmaras de ensaio. Estas são constituídas por vidro acrílico com diferentes espessuras de uma caixa para a outra. Esta diferença de espessuras deve-se ao facto de ser necessário transferir a energia térmica da caixa de ar para o interior da câmara

de ensaio, onde se encontram as CB, através da condução nas paredes. A lei de Fourier representa o fluxo de calor q [W] que atravessa um material por condução [32].

$$\frac{q}{A} = -k \cdot \frac{dT}{dx} \quad (3.1)$$

Onde k [W/m.°C] representa a condutividade térmica do material.

Para o protótipo funcional foi escolhido uma espessura de $x = 10$ mm para os vidros da caixa exterior e uma espessura de $x = 5$ mm para os vidros da câmara de ensaio. A Figura 3.3 ilustra o fluxo que é transferido entre a caixa de ar e a câmara de ensaio.

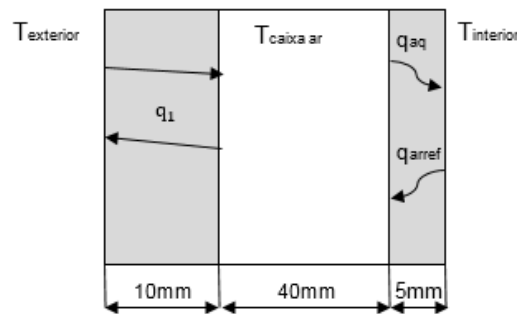


Figura 3.3 – Fluxo de calor nas paredes do protótipo.

Na figura pode observar-se que fluxo de calor segue em direção à temperatura mais baixa e pretende-se que q_1 seja aproximadamente zero.

Aplicando a equação 3.1

$$q = -k_{\text{acril}} \cdot \frac{(T_{\text{int}} - T_{\text{caixa ar}})}{x} \cdot A \quad (3.2)$$

O denominador das expressões anterior corresponde à resistência térmica de condução R_t [°C/W] das paredes, onde a condutividade térmica do acrílico, k_{acril} , é igual a 0,216 [W/m°C].

As dimensões de ambas as caixas estão apresentadas na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 - Dimensões das caixas.

Dimensões	Valor
Caixa interior/câmara de ensaio	640 × 600 × 360 (mm)
Caixa exterior	740 × 710 × 470 (mm)
Volume caixa interior	0,1361 m ³
Volume caixa de ar	0,0083 m ³

Para criar a caixa de ar, entre as paredes da caixa exterior e da câmara de ensaio, foram instalados oito cubos impressos em 3D. Quatro cubos encontram-se instalados na base e os outros quatro no topo da câmara hermética. Estes cubos suportam a câmara de ensaio e os vidros acrílicos exteriores e a ligação dos últimos com os cubos é feita através de aparafusamento. O volume de ar na caixa de ar é dado pela diferença de volumes entre a caixa exterior e a câmara de ensaio.

Os vidros acrílicos frontais do protótipo estão ligados através de quatro espaçadores impressos em 3D. Um varão roscado M6 atravessa o interior destes espaçadores, sendo apertado nas extremidades por duas porcas calota, permitindo assim o acoplamento dos dois vidros acrílicos. Para garantir o fecho do protótipo, foram utilizados parafusos com cabeça de aperto manual nas extremidades do vidro acrílico exterior. Esta foi a solução construtiva encontrada para cumprir o quinto requisito da Tabela 3.1 - Requisitos do protótipo funcional. De referir também que foram colocadas borrachas, nas arestas de ambas as portas, para garantir uma boa estanquicidade. Todo o chassis do protótipo e os respetivos componentes estão ilustrados na Figura 3.4.

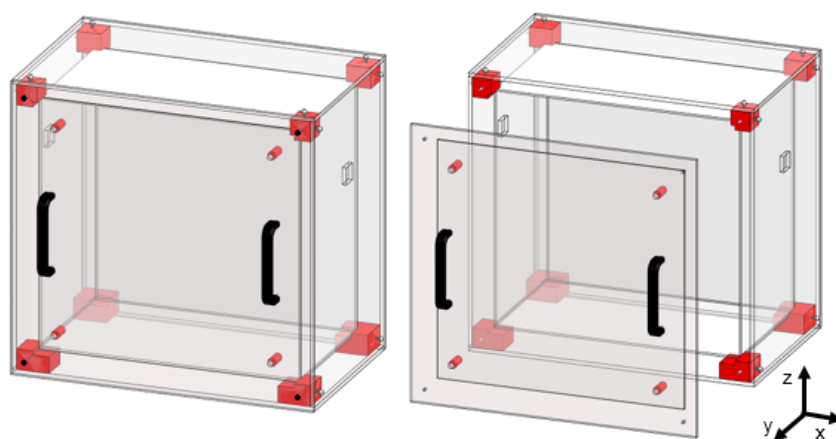


Figura 3.4 – Modelação geométrica do chassis.

Como pode ser observado na Figura 3.4, os vidros acrílicos laterais exteriores apresentam um corte. Este corte possui as dimensões 40 x 40 mm e têm como finalidade inserir os equipamentos de arrefecimento que vão ser descritos mais a frente neste documento.

Após a realização dos primeiros testes de validação do protótipo (apresentados no §4) surgiu a necessidade de reduzir a radiação incidente no protótipo devido a sua transparência. Sendo assim foram revestidos quatro vidros acrílicos exteriores (laterais, topo e traseiro) com espuma de polietileno revestido. Este material, além de reduzir a radiação incidente na câmara hermética, permite também um reforço substancial de isolamento diminuindo assim a perda de calor para o exterior.

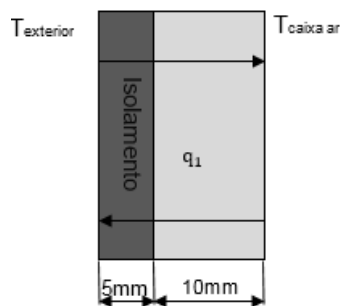


Figura 3.5 – Fluxo de calor nas paredes do protótipo revestidas com isolamento.

3.3.2 Sistema eletromecânico

Foi implementado um sistema eletromecânico no protótipo funcional com o fim de satisfazer o segundo requisito da Tabela 3.1. Este sistema permite mergulhar a placa PCB no recipiente, onde se encontra o líquido com as CB, sem a intervenção direta de um operador. O movimento vertical é realizado através de dois fusos, um em cada extremidade da estrutura, acoplados a dois motores passo a passo unipolares. Esta solução construtiva permite ao operador controlar o tempo de exposição da amostra com as CB durante a realização do ensaio. É também possível realizar diversos ciclos no mesmo ensaio sem a interrupção do mesmo. O terceiro motor passo a passo acoplado a este sistema tem como objetivo realizar o movimento de rotação da placa PCB. Deste modo, é possível dispôr a amostra na horizontal e na vertical no interior do recipiente. Esta solução permite também movimentar o líquido do recipiente, funcionando como agitador, renovando assim o oxigénio da água.

Antes da produção deste sistema eletromecânico, foram modeladas em *SOLIDWORKS®* duas soluções construtivas.

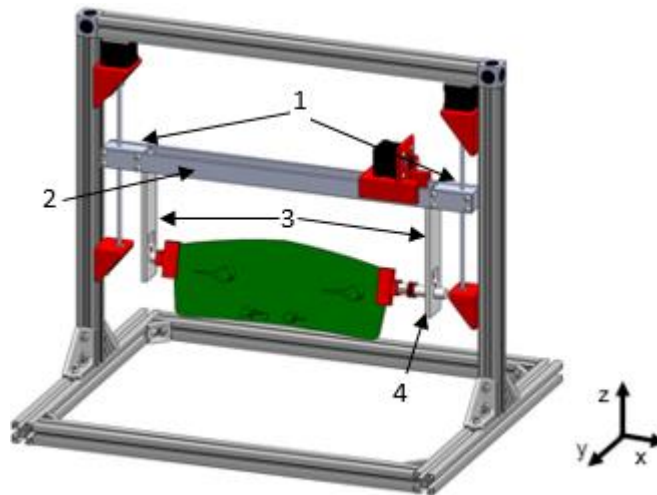


Figura 3.6 – Modelação triaxial da primeira solução construtiva. 1) Cubos de alumínio; 2) Barras de alumínio; 3) Chapa Teflon; 4) Varão Teflon.

A Figura 3.6 ilustra a primeira solução a ser projetada e os respetivos componentes. O chassis do sistema eletromecânico é composto por perfil *Bosch Rexroth®* em alumínio, de dimensões 30x30 mm, o que garante leveza, baixo custo e facilidade de montagem. Foi escolhido este material pois permite a ligação entre perfis através de ligação aparafusada, ou seja, reversível, o que possibilita a realização de vários ajustes até ser encontrada a solução final.

O suporte da PCB é constituído por dois cubos de alumínio, com um furo roscado em cada um, duas barras de alumínio aparafusados aos cubos, duas placas e dois varões em *Teflon®*. Inicialmente projetou-se o sistema eletromecânico deste modo porque o *Teflon®* é um material quimicamente inerte, sendo uma mais valia no contacto direto com as CB, no entanto esta hipótese foi abandonada. Esta solução apenas permitia testar amostras das mesmas dimensões da PCB em estudo, não sendo ajustável para outros produtos. Durante o processo de maquinagem e construção dos componentes poderiam ocorrer pequenos erros que comprometessem a montagem final do sistema, além de que a flexibilidade dos varões de *Teflon®* possuem poderia consistir num problema. Identificadas estas limitações projetou-se o sistema eletromecânico representado na Figura 3.7. Esta foi a solução encontrada mais adequada sendo posteriormente produzida. O suporte da PCB é constituído por perfis *Bosch Rexroth®* 20x20 mm em alumínio, que apresentam as vantagens anteriormente referidas, duas peças atravessadas pelo varão roscado, dois varões em alumínio, quatro peças de encaixe dos varões e duas peças de encaixe da PCB.

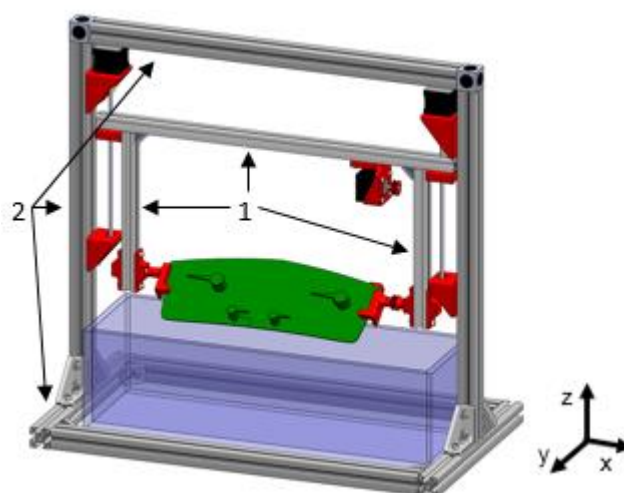


Figura 3.7 – Modelação triaxial da segunda solução construtiva. 1) Perfil *Bosch Rexroth* 30x30 mm; 2) Perfil *Bosch Rexroth* 20x20 mm.

O sistema eletromecânico possui 620 mm de comprimento, 345 mm de largura e 590 mm de altura. De salientar que as quotas de atravacamento foram alteradas comparativamente à primeira solução construtiva. Cada suporte lateral inferior possui um rolamento radial acoplado (Figura 3.8-b) sendo atravessados por um varão roscado M10, realizando o encastramento no plano xy. A dimensão do varão roscado foi alterada devido ao tempo de curso e devido ao empeno dos varões M6. Estes varões estão ligados aos motores passo a passo através de um acoplador, atravessam o perfil e uma peça, que contém uma porca embutida (Figura 3.8-c), realizando assim o movimento vertical da PCB. Foram montadas duas porcas antes dos rolamentos para ajudar a suportar o peso de todo o suporte.

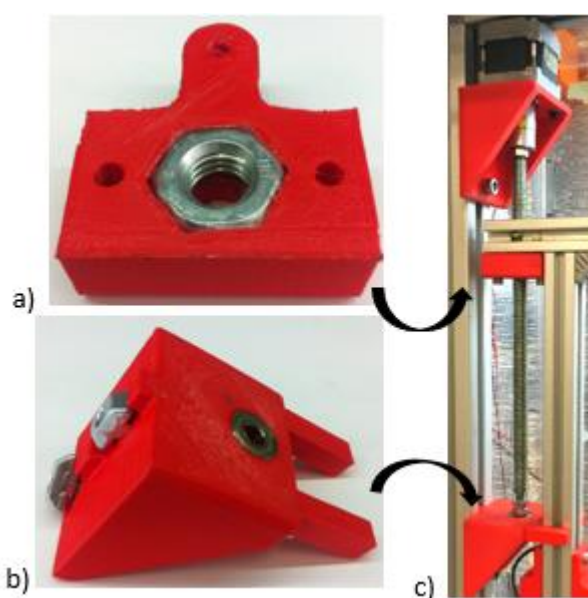


Figura 3.8 – Peças produzidas recorrendo a impressão 3D.

Os suportes dos motores passo a passo, os dois encaixes da PCB, as rodas dentadas e as respectivas peças atravessadas pelos varões foram impressas em 3D sendo o seu material constituinte o Ácido Polilático (PLA). O PLA é um termoplástico biodegradável utilizado regularmente na impressão 3D dado o seu baixo custo, velocidade de impressão e acabamento final. Este termoplástico apresenta uma rigidez e dureza superior, comparativamente aos outros filamentos utilizados na impressão 3D, e apesar de biodegradável é o mais resistente a fungos.

De salientar que este sistema eletromecânico é um equipamento que está desacoplado da câmara hermética, sendo possível ser retirado e utilizado para outros fins, desempenhando assim uma função modular.

3.3.2.1 Eletrónica do sistema eletromecânico

Os três motores passo a passo unipolares utilizados neste protótipo são iguais e o seu modelo é STH-39H205. São utilizados dois *drivers* distintos para o controlo destes motores. Os dois motores responsáveis pelo movimento vertical (M1 e M2) são controlados pelo *driver* GSM2 do fabricante *GREENWICH INSTRUMENTS®* e o motor responsável pela rotação (M3) da placa utiliza o *driver* com o *chip* ULN2003A. O *driver* GSM2 está ligado em série a um relé, que funciona como interruptor, permitindo ao motor não ficar sob tensão depois de completar um ciclo. Ambos os *drivers* são alimentados por uma fonte de tensão de 12 V que debita uma corrente máxima de 10 A. A comunicação destes com o computador é feita através de uma placa de aquisição de dados (DAQ) NI USB-6008 da *Nacional Instruments®*. Foram instalados dois sensores fim de curso, um em cada suporte lateral, com o objetivo de interromper o movimento vertical quando o suporte atinge as extremidades do fuso. Deste modo é possível também definir um botão *home*, ou seja, definir a posição inicial da PCB no início de cada ensaio. A Figura 3.9 ilustra o esquema elétrico do sistema eletromecânico.

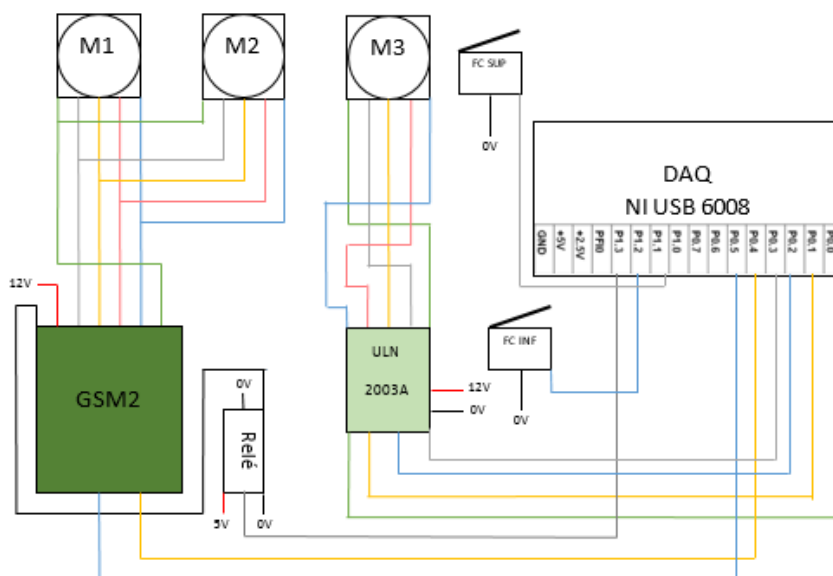


Figura 3.9 – Esquema elétrico do sistema eletromecânico.

3.3.3 Sistema térmico

Como foi referido na introdução deste capítulo, a produção e os ensaios de 2EAP deste protótipo foram realizados no Lab END da FCT-UNL. Sendo o controlo das condições atmosféricas um dos requisitos funcionais do projeto, foi necessário obter informação relativa à temperatura sentido no Lab END com o intuito de escolher os equipamentos térmicos mais adequados.

A temperatura no interior do Lab END varia consoante a estação do ano. Na Tabela 3.3 são apresentados os valores das temperaturas relativamente à região de Almada de acordo com os boletins climatológicos do Instituto Português do Mar e Atmosfera (IPMA).

Tabela 3.3 - Temperaturas medidas na região de Almada em 2015.

Mês	Temperatura Mínima [°C]	Temperatura Máxima [°C]
Janeiro	2.4	17.7
Fevereiro	4	17.1
Março	7.6	24.9
Abril	10.6	29.1
Mai	10.4	32.9
Junho	12.9	35.8
Julho	15.4	31.9
Agosto	15.4	35.8
Setembro	14	31.2
Outubro	12.5	28
Novembro	6	24.3
Dezembro	6	21.5

Nota: Os relatórios climatológicos do IPMA não dão a informação das temperaturas medidas na região de Almada, então foram tomados como referência os valores medidos na região de Lisboa.

Foram escolhidos os módulos *Peltier* para o arrefecimento do ar no interior do protótipo funcional. Estes módulos são constituídos por duas faces cerâmicas estando elementos semicondutores, do tipo n e do tipo p, na junção de ambas, sendo dispostos em série eletricamente e em paralelo termicamente. Quando os módulos são submetidos a uma corrente elétrica, é transferido calor de uma face para a outra, criando uma diferença de temperatura entre ambas, ou seja, aquecendo uma das faces e arrefecendo a outra. Este é designado como efeito termoelétrico. De acordo com os manuais destes módulos [36], o gradiente de temperatura entre as duas faces é maior quanto maior for a corrente imposta e o calor dissipado no lado quente. Este equipamento de refrigeração foi escolhido devido à sua simplicidade de funcionamento e de montagem, assumindo que a sua potência seria suficiente para arrefecer o interior do protótipo até à temperatura desejada.

O aquecimento do ar é realizado por uma resistência térmica em forma de manta adesiva. Esta manta funciona como uma resistência térmica normal, quando o condutor é sujeito a uma corrente elétrica transforma-a em energia térmica por efeito Joule, aquecendo deste modo a superfície da manta e por consequência o ar no interior do protótipo.

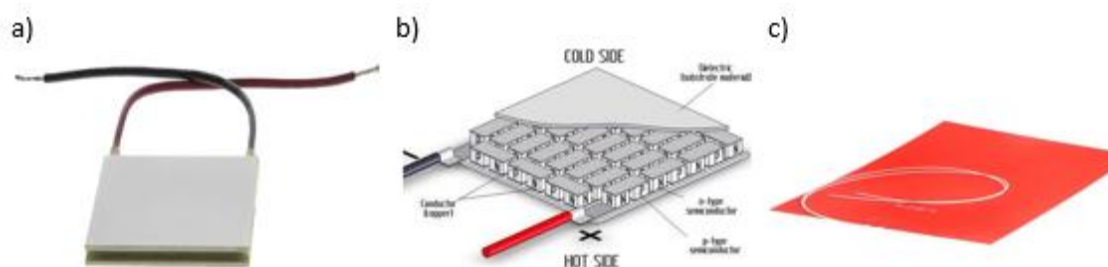


Figura 3.10 – Componentes do sistema térmico a) Módulo Peltier; b) Interior módulo Peltier; c) resistência de aquecimento.

As características dos componentes constituintes do sistema térmico são apresentadas na Tabela 3.4.

Tabela 3.4 - Características elétricas e térmicas dos equipamentos constituintes do sistema térmico

	Módulo Peltier 1	Módulo Peltier 2	Resistência Aquecimento
U_{Max} [V]	20	20	12
I_{Max} [A]	8.5	8.5	5
P_{Max} [W]	100	130	60
T_{Max} [°C]	-	-	300
ΔT_{Max} [°C]	70	70	-
Dimensões [mm]	40x40	40x40	200x300

Durante a produção do protótipo funcional foram testadas diferentes configurações para dissipar o calor no exterior do protótipo e distribuir o frio no interior. Primeiramente foram instalados dissipadores com as mesmas dimensões dos módulos *Peltier*, 40 x 40 mm, em cada uma das faces. Cada dissipador incluía uma ventoinha acoplada. Com a realização do primeiro teste de validação do sistema térmico, verificou-se que o dissipador instalado na face quente não possuía capacidade suficiente para extrair o calor, o que resultou num baixo gradiente de temperatura entre as faces, sendo o arrefecimento do ar praticamente nulo no interior do protótipo. A solução para este problema foi alterar as dimensões dos dissipadores bem como da ventoinha acoplada. De referir que foi produzida uma peça impressa em 3D para impedir o ar quente, proveniente do dissipador, de aquecer a superfície do vidro acrílico (Figura 3.11).

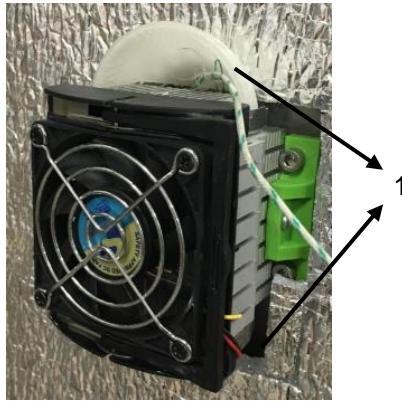


Figura 3.11 – Dissipador de calor instalado no protótipo funcional.
1) Peça impressa em 3D.

Foram construídas três soluções para distribuir o ar frio no interior do protótipo. A primeira, como já foi referido, consistia num dissipador das mesmas dimensões dos módulos *Peltier* com uma ventoinha acoplada. Esta solução não se mostrou eficaz, porque além do gradiente de temperatura ser baixo, a quantidade de ar a arrefecer é muito maior comparativamente às dimensões do dissipador. A segunda solução consistiu em construir uma espécie de alhetas com barras de alumínio (bom condutor térmico). Uma barra de alumínio, com espessura de 5 mm, possuía aparafusado nas extremidades duas barras com 2 mm de espessura, como ilustra a Figura 3.12 a) e b). Foi produzida uma peça, através da impressão 3D, para garantir a junção destas barras com os módulos *Peltier*. A terceira solução foi produzida com o intuito de aumentar a área de frio em contato com o ar interior. Foi instalada uma placa de alumínio com 250 x 500 mm e 2 mm de espessura ilustrada na Figura 3.12 c).

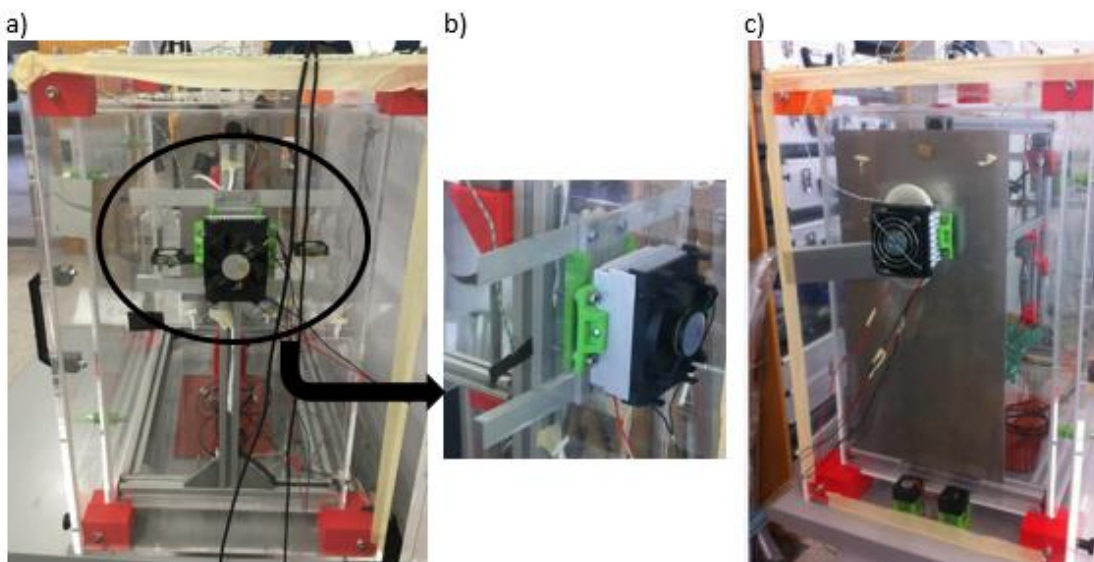


Figura 3.12 – Sistema de distribuição do frio no interior do protótipo. a) e b) alhetas; c) placa de alumínio.

3.3.3.1 Eletrônica do sistema térmico

Como se pretende manter a temperatura estável no interior do protótipo, foi necessário ligar os equipamentos térmicos a relés que atuam como interruptores. Através de um controlador externo é possível acionar os equipamentos quando a temperatura medida no interior do protótipo é diferente da temperatura desejada.

Inicialmente foram instalados *MOSFET* para servirem de interruptores. Um *MOSFET* é constituído por três terminais sendo elas o *source*, o *gate* e o *drain*. Os equipamentos térmicos encontravam-se ligados em série com os *MOSFET'S*, ou seja, o polo positivo ligados a fonte de tensão de 12V enquanto que o polo negativo ligava ao *drain* dos *MOSFET'S* (uma vez que se estava a utilizar um *MOSFET* tipo N). O sistema ficava fechando quando a corrente atravessava do *source* para o *drain* e este percurso acontecia quando o *gate* recebia uma voltagem de 5 V através da DAQ. Esta solução foi abandonada porque se fez a medição da corrente com um multímetro e verificou-se que os módulos Peltier apenas consumiam 5 A dos 10 A disponíveis. As experiências realizadas antes da montagem dos dispositivos, mostraram que para uma tensão de 12 V estes consumiam mais do que 5 A. Esta situação acontecia porque a diferença de potencial imposta pela DAQ não era suficiente para abrir o *gate* por completo.

A instalação dos relés em detrimento dos *MOSFET* permitiu um incremento de 2,5 A na corrente dos módulos Peltier e permitiu desinstalar a ventoinha que arrefecia os *MOSFET* diminuindo o ruído do protótipo. Os relés utilizados são da marca Finder®.

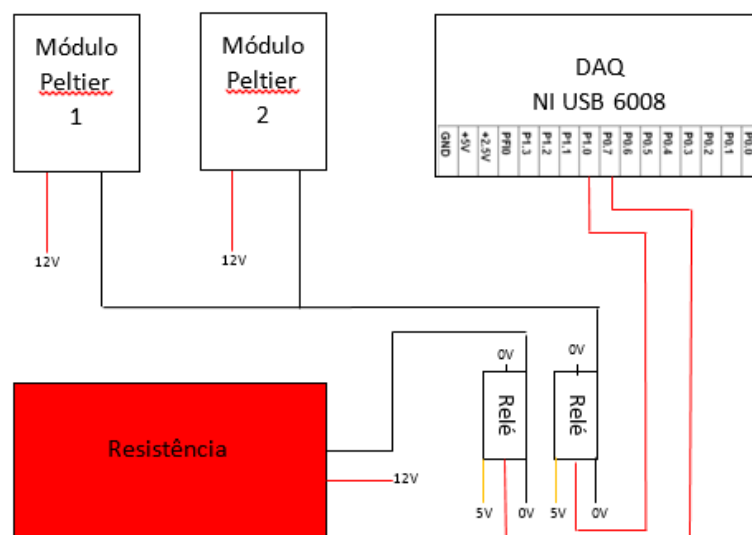


Figura 3.13 – Esquema elétrico do sistema térmico.

3.4 Instrumentação

Além dos componentes eletrônicos já referidos para os sistemas eletromecânico e térmico, o protótipo funcional contém instrumentos de medição nomeadamente sensores de temperatura, sensor de humidade e sensor pH.

A monitorização da temperatura é fundamental para o sucesso do ensaio uma vez que todo o sistema de controlo de temperatura opera segundo os valores medidos. Inicialmente instalaram-se no protótipo funcional termístores como sensores de temperatura. O princípio de funcionamento destes baseia-se no facto da sua resistência interna variar consoante a temperatura. Esta variação da resistência é depois medida pela DAQ sob a forma de sinal analógico. No entanto a variação da resistência com a temperatura não é linear, sendo difícil de calibrar durante a realização do ensaio. Após os primeiros testes de validação constatou-se um grande ruído no sinal medido o que resultou em medições pouco precisas. Face a este problema foram instalados termopares como instrumentos de medição da temperatura. O princípio de funcionamento dos termopares baseia-se no efeito *Seebeck*, estes são constituídos por dois metais distintos na sua extremidade e quando unidos geram uma tensão elétrica. Um instrumento de medida é ligado a estes termopares sendo possível medir essa tensão elétrica em função da temperatura. As curvas características dos termopares são conhecidas e diferem consoante o seu tipo, neste trabalho foram utilizados termopares do tipo k.

A medição do sinal é realizada através de dois módulos DAQ NI 9211 que por sua vez estão ligados a um computador. Neste trabalho foram utilizados sete termopares distribuídos em pontos estratégicos da câmara hermética. O primeiro termopar encontra-se no recipiente da solução, o segundo termopar na chapa de alumínio no lado frio do *Peltier*, o terceiro, quarto e quinto encontram-se no lado direito, esquerdo e topo da caixa de ar respetivamente, o sexto no dissipador de calor e o sétimo no topo do lado exterior do protótipo. Deste modo, obtém-se a informação da temperatura em diferentes os pontos do protótipo, permitindo obter a informação se a temperatura está uniforme.

O protótipo funcional não contém componentes de controlo de humidade, no entanto foi instalado um sensor para monitorizar a mesma. É necessário obter um ambiente húmido para garantir condições de vida às células bacterianas. O sensor de humidade utilizado foi HIH4000-101.

Para medir o pH da solução foi utilizado o sensor *BlackLine pH* do fabricante *JUMO®*. Este equipamento é constituído por dois elétrodos ligados por um cabo

revestido com cloreto de prata (AgCl). O eletrodo de medida encontra-se na extremidade do instrumento no interior de uma esfera de vidro, que por sua vez está ligada a um tubo também de vidro, e mergulhado numa solução neutra de cloreto de potássio (KCl). O eletrodo de referência encontra-se num tubo de vidro diferente, mergulhado também em KCl, e na extremidade do mesmo existe um tampão que impede as paredes do tubo de entrar em contato com a solução a medir. O valor de pH é calculado através da diferença de potencial existente entre o eletrodo de referência (potencial constante) e o eletrodo de medida (potencial variável). O potencial do eletrodo de medida varia devido à diferença de íons de hidrogénio na membrana da esfera, se a concentração destes for igual no exterior e no interior da membrana a solução é neutra ($\text{pH} = 7$), se for superior no exterior a solução é ácida ($\text{pH} > 7$) e se for inferior a solução é básica ($\text{pH} < 7$).

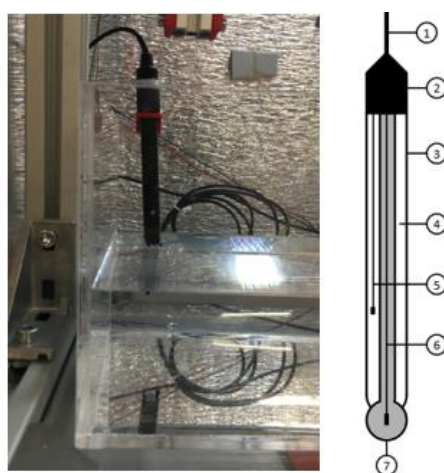


Figura 3.14 – Sensor *BlackLine pH* instalado no protótipo funcional. 1) Cabo BMC; 2) Tampa; 3) Revestimento plástico; 4) Solução de KCL; 5) Eletrodo de referência; 6) Eletrodo de medição; 7) Membrana da esfera de vidro.

Devido ao facto de a diferença de potencial medida entre os dois eletrodos ser muito baixa (mV) foi necessário ligar o sensor pH a um nanovoltímetro e associar este ao sistema de medição para ampliar o sinal medido. Os valores medidos são depois adquiridos pelo dispositivo myDAQ que se encontram ligado ao computador.

Foi desenvolvido um programa para calibrar o sensor de pH antes do início de cada de ensaio. O procedimento é mergulhar o sensor pH numa solução conhecida com $\text{pH} = 7$, gravar o valor medido e só depois mergulhar o sensor na solução com as CB. O valor de pH é dado por [34]:

$$\text{pH (X)} = \text{pH (S)} + \frac{(E_s - E_x) \cdot F}{R \cdot T \cdot \ln(10)} \quad (3.3)$$

Onde:

pH (S) – Solução referência = 7

E_s – Potencial elétrico medido com a solução de referência

E_x – Potencial elétrico da solução medida

F – Constante *Faraday* = $9.648 \times 10^4 \text{ C mol}^{-1}$

R – Constante gás universais = $8.3145 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$

T – Temperatura (K)



Figura 3.15 – Soluções utilizadas para calibrar o sensor pH, a cor rosa, verde e azul corresponde pH = 4, pH = 7, pH = 10 respectivamente.

3.5 Software dedicado

Foi desenvolvido um *software* dedicado em *LabVIEW*® para controlar e automatizar todo o processo. O *LabVIEW*® é um programa informático baseado na linguagem de programação G, que utiliza um modelo de fluxo de dados em vez de uma sequência de linhas [35].

Este programa permite a criação de um painel de instrumentos onde estão localizados os comandos. Na Figura 3.16 está representada a interface gráfica na qual é possível interagir com o equipamento e inserir os parâmetros necessários ao ensaio.

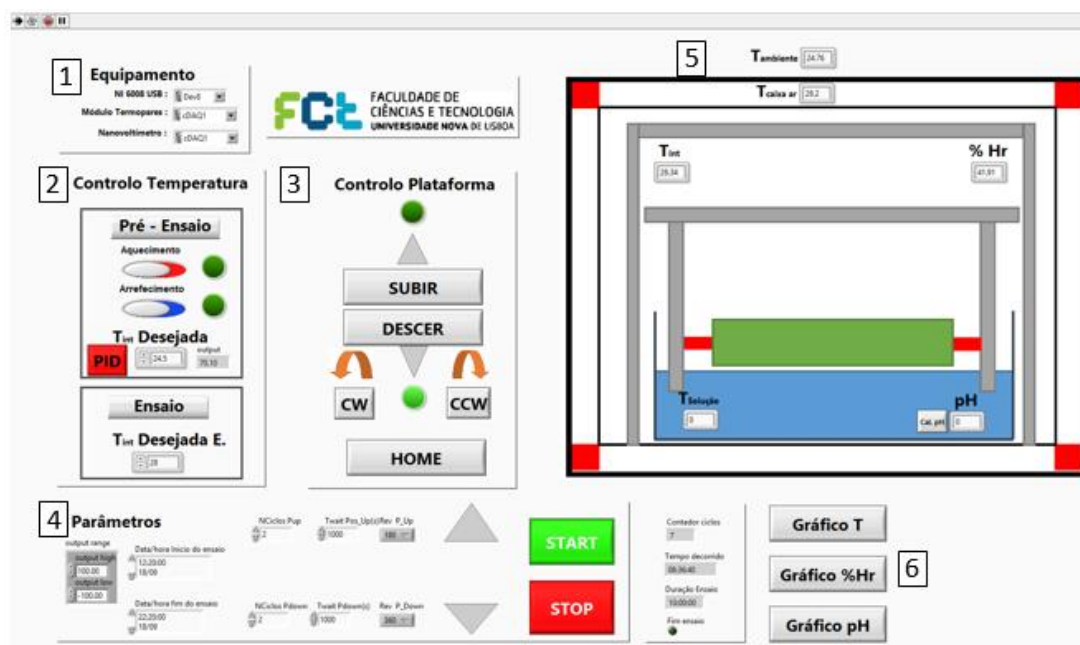


Figura 3.16 – Interface gráfica em LabVIEW para controlo do protótipo funcional.

A interface deste programa foi concebida de forma a ser simples e intuitiva para o utilizador. O painel 1 permite a escolha das portas usb onde estão ligadas as respetivas DAQ's. No painel 2 e 3 é possível controlar o sistema térmico e eletromecânico de forma manual, ou seja, ligar e desligar os equipamentos térmicos, subir, descer e rodar a amostra. Foi criado um botão *home* para definir a posição inicial da amostra no início de cada ensaio. Os leds indicam a posição da amostra e se os equipamentos estão ligados ou desligados. É no painel 2 que é inserido o valor da temperatura desejada sendo também possível estabelecer uma temperatura pré-ensaio através do acionamento do controlador PID. No painel 4 são inseridos os parâmetros desejados no ensaio tais como a data de início e fim do mesmo, número de rotações da amostra e tempo de espera na posição superior e inferior. Foram também implementados dois botões que permitem ao utilizador escolher o ângulo de rotação da amostra, quer na posição superior, quer na posição inferior. O painel 5 informa sobre todas as medições que ocorrem no ensaio, ou seja, os valores medidos pelos termopares, pelo sensor de humidade e pelo sensor pH estão representados neste painel. No painel 6, foram inseridos os botões que direcionam o utilizador para outra interface que permite visualizar os gráficos das medições que estão a ocorrer.

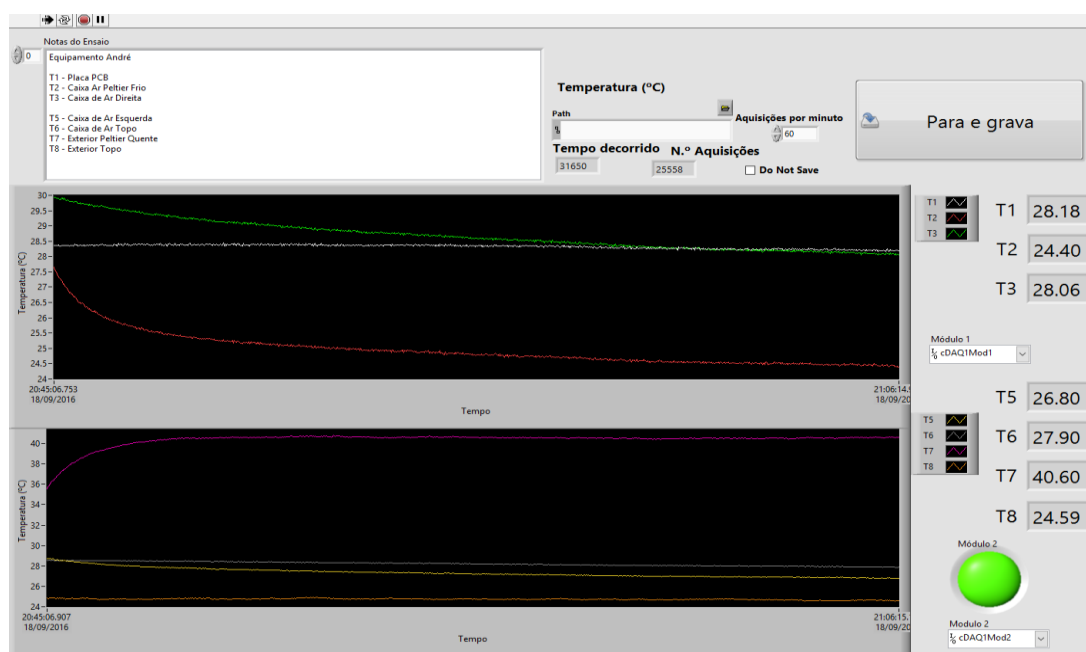


Figura 3.17 – Interface gráfica em LabVIEW das medições dos termopares.

3.6 Protótipo funcional produzido

Resumidamente, o chassis do protótipo funcional é constituído por vidro acrílico transparente, revestido com espuma de polietileno. O mesmo possui um sistema eletromecânico que recorre a três motores passo a passo unipolares para movimentar a amostra de teste verticalmente e aplicar rotação. O deslocamento dá-se através de dois fusos, onde uma estrutura de perfil *Bosch Rexroth®* suporta a placa PCB a ser testada. O sistema térmico é constituído por uma resistência de aquecimento e por dois módulos Peltier, que possuem acoplados dissipadores de calor e placas de alumínio. A temperatura, humidade e pH da solução são parâmetros mesuráveis através de sensores e equipamentos de aquisição de dados. Todo o processo de ensaio é controlado por um *software* dedicado em *LabVIEW®*. A Figura 3.18 ilustra o resultado final do protótipo funcional, envolvendo a montagem de todos os sistemas.

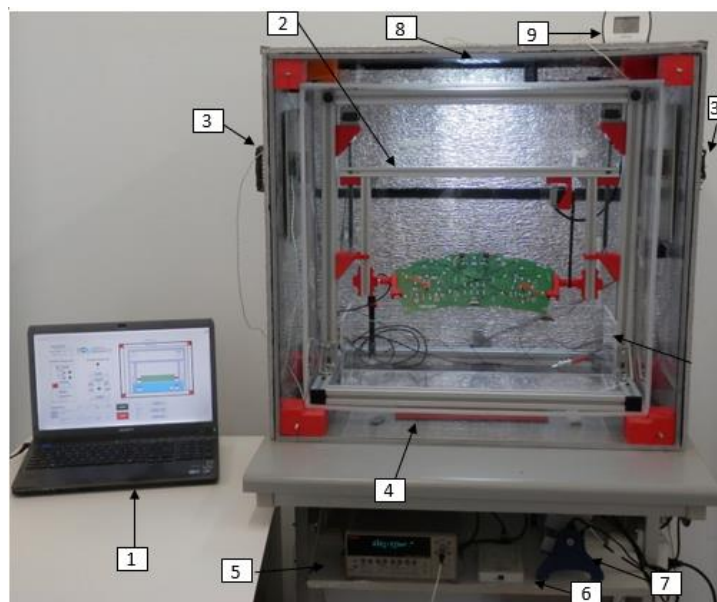


Figura 3.18 – Protótipo funcional para realização de ensaios de envelhecimento acelerado de produto com células bacterianas. 1) Software dedicado; 2) Sistema eletromecânico; 3) Sistema de arrefecimento; 4) Resistência de aquecimento; 5) Nanovoltímetro; 6) myDAQ; 7) Módulo termopares; 8) Conjunto de leds; 9) Termómetro.

O sistema elétrico instalado é alimentado por uma fonte de tensão proveniente de um computador. Foi escolhido este tipo de fonte dado esta fornecer diferentes tensões de corrente a diferentes amperagens. O sistema elétrico do protótipo funcional está ilustrado na Figura 3.18Figura 3.19.

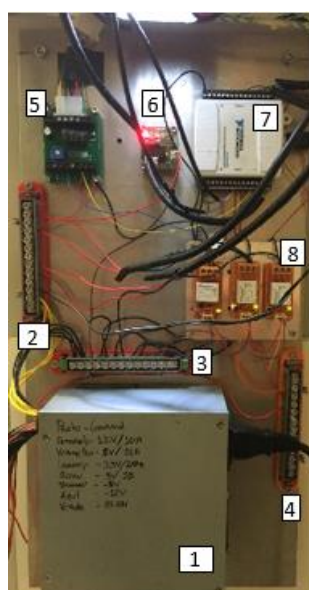


Figura 3.19 – Sistema elétrico do protótipo funcional. 1) Fonte de tensão; 2) Régua 12 V; 3) Régua Ground; 4) Régua 5 V; 5) Driver motor GSM2; 6) Driver ULN2003A ; 7) DAQ NI6008 ; 8) Relés do motor, Peltier e resistência aquecimento.

Os custos dos principais componentes e instrumentos constituintes do protótipo funcional estão representados na Tabela 3.5.

Tabela 3.5 - Custo dos componentes.

Componente	Preço
Vidros acrílicos	430,50 €
Perfil <i>Bosch</i> 20x20	5,70 €
Perfil <i>Bosch</i> 30x30	25,00 €
Motor passo a passo unipolar	35,54 € (x3)
PLA	30,68 €
Módulo <i>Peltier</i>	44,55 € (x 2)
Resistência térmica	59,99 €
Termopares	9,65 € (x 7)
Sensor pH	71,36 €
<i>Drivers</i> motor passo a passo	75 €
DAQ NI6008i	265 €
DAQ NI9211	375 € (x 2)
NI MyDAQ	450 €
Nanovoltímetro	2000 €
Fonte de tensão	25 €
Relé Tinkerkit	13,77 € (x 3)
Total = 4492,81 €	

3.7 Síntese do capítulo

Neste capítulo foi descrito todo o processo de conceção, projeto e produção do protótipo funcional para realização de ensaios de envelhecimento de produto utilizando células bacterianas. Foram explicados detalhadamente os componentes pertencentes a cada componente constituinte deste protótipo (estrutural, térmica e instrumentação e controlo) e como estes satisfazem os requisitos funcionais inicialmente definidos.

4 VALIDAÇÃO DO PROTÓTIPO FUNCIONAL

4.1 Introdução

Após a produção do protótipo funcional e instalados todos os componentes de eletrónica e instrumentação seguiu-se a validação experimental do protótipo, sendo esta apresentada ao longo deste capítulo.

Primeiramente foram realizados ensaios com o intuito de validar o sistema térmico, efetuaram-se ensaios de aquecimento (§4.2), ensaios de arrefecimento (§4.3) e ciclos combinados de ambos (§4.4). De seguida foram realizados ensaios de provetes numa solução de NaCl para validar o equipamento e obter resultados comparativos. A placa PCB foi ensaiada numa solução com microrganismos (§4.6).

4.2 Ensaios de Arrefecimento

Os ensaios de arrefecimento foram realizados no Lab END no decorrer do mês de Julho de 2016. Como foi referido no §3.3.3 foram construídas três soluções para a distribuição do ar frio no interior do protótipo. O ensaio realizado utilizando a primeira solução construtiva não produziu resultados desejáveis, isto é, durante as duas horas de ensaio os termopares não registaram qualquer descida da temperatura no interior do equipamento. No segundo ensaio de arrefecimento foi então utilizada a configuração da segunda solução construtiva onde foi montado um sistema de alhetas em cada módulo *Peltier* (Figura 3.12 a) e b). A Figura 4.1 ilustra os resultados do ensaio.

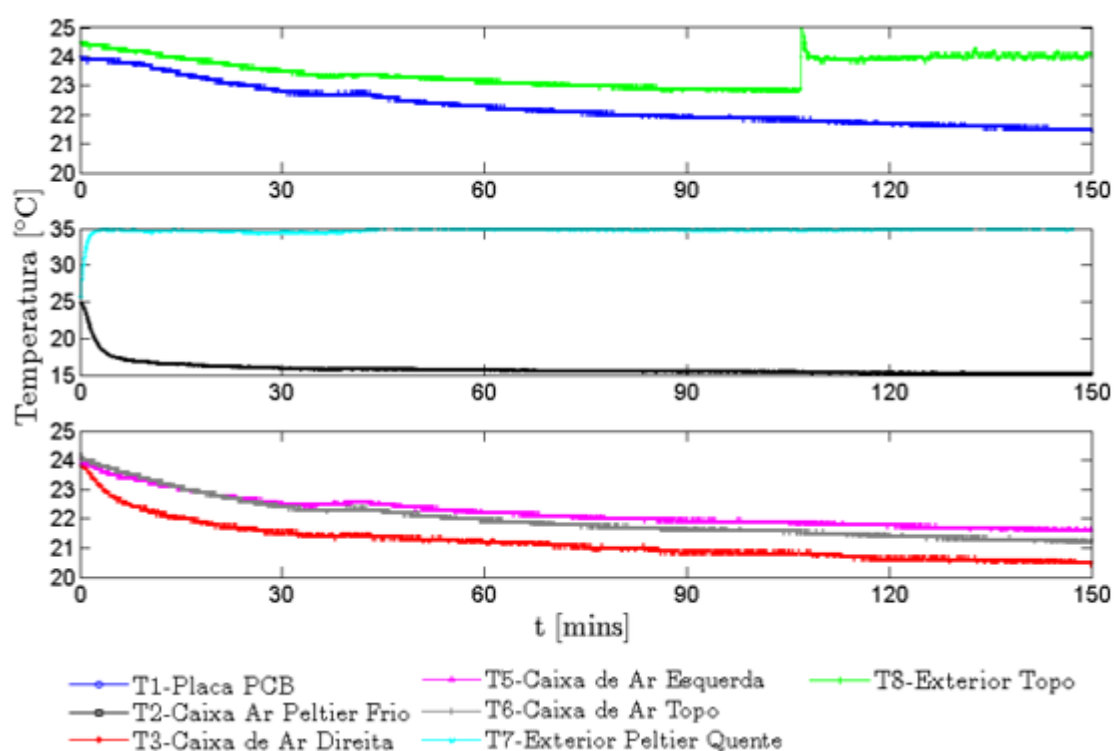


Figura 4.1 – Medição do arrefecimento no protótipo funcional utilizando as alhetas.

Através da análise do gráfico é possível observar que a temperatura no interior da câmara de ensaio sofreu um decréscimo de 2,5 $^{\circ}\text{C}$ ao longo de 150 min. A diferença de temperatura medida entre o exterior e a câmara de ensaio aumenta ao longo do tempo, alcançando uma diferença de 2,5 $^{\circ}\text{C}$ no final do mesmo. É possível concluir também que a temperatura na caixa de ar não é uniforme, existindo diferenças de 1 $^{\circ}\text{C}$ entre o lado direito e o lado esquerdo. No entanto, esta diferença pode ser explicada devido ao erro associado a cada termopar.

Com o objetivo de melhorar os resultados ilustrados na Figura 4.1 foi montada uma placa de alumínio no módulo *Peltier* esquerdo aumentando assim a área de frio na caixa de ar (Figura 3.12 c).

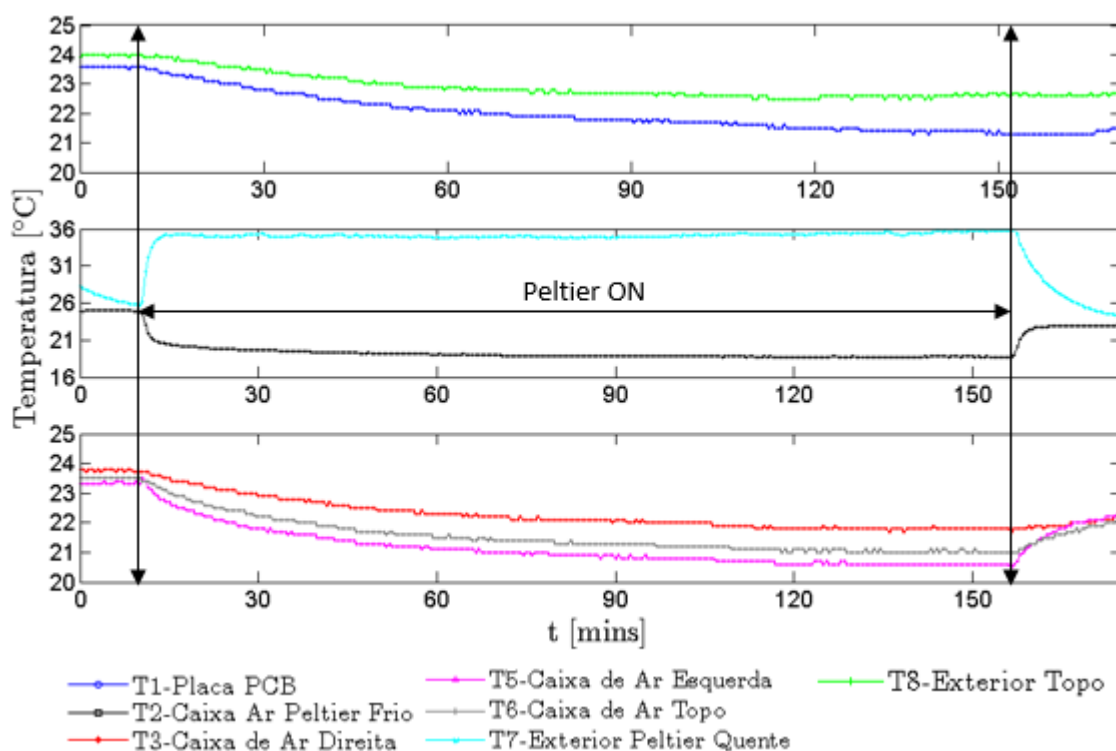


Figura 4.2 – Medição do arrefecimento no protótipo funcional utilizando uma chapa de alumínio num dos módulos Peltier.

O gráfico ilustrado na Figura 4.2 mostra que existiu uma diferença de 4 °C em T2, relativamente ao primeiro ensaio, e que T7 manteve-se no mesmo valor. Todos os parâmetros mantiveram-se iguais para ambos os ensaios (intensidade de corrente e tempo) alterando-se apenas a forma de distribuir o frio no interior da caixa de ar. Isto leva a concluir que a segunda solução é melhor que a primeira, no entanto a diferença de temperatura não foi observada em T1. Em ambos os casos foi conseguido uma temperatura mais baixa no interior relativamente à temperatura exterior.

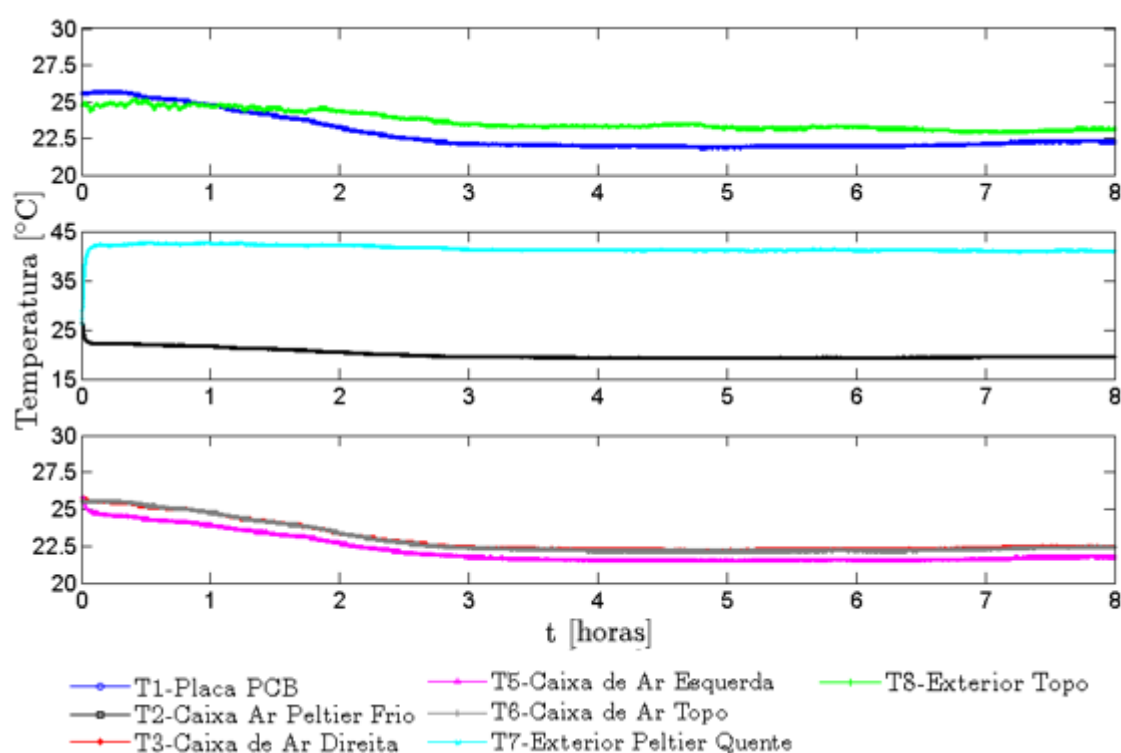


Figura 4.3 – Medição do arrefecimento no protótipo funcional com a configuração final. .

O ensaio ilustrado na Figura 4.3 foi realizado sob a configuração final do protótipo funcional. Em relação aos dois primeiros ensaios apresentados, este possui dois módulos Peltier de 100 W, duas placas de alumínio acopladas aos Peltier, as paredes do chassi revestidas com espuma de polietileno, os relés a funcionar como interruptores e o ensaio foi iniciado no *software* dedicado. Este tinha como parâmetro de temperatura desejada os 20 °C. O gráfico indica que:

- A temperatura atinge o regime estacionário a partir das 3 horas de ensaio,
- T1 no início do ensaio é maior que T8, aos 60min é igual e a partir desse momento é sempre menor com uma diferença de 1,5°C;
- Ao longo das 8 horas e 30 min de ensaio a temperatura desejada (20°C) nunca foi atingida, descendo 2,5 °C.

4.3 Ensaios de Aquecimento

O ensaio de aquecimento foi realizado após um ensaio de arrefecimento. O objetivo deste ensaio foi de averiguar a capacidade da resistência em aquecer o ambiente no interior. De salientar que, aquando a realização deste ensaio, o protótipo funcional não possuía o chassis revestido com espuma de polietileno.

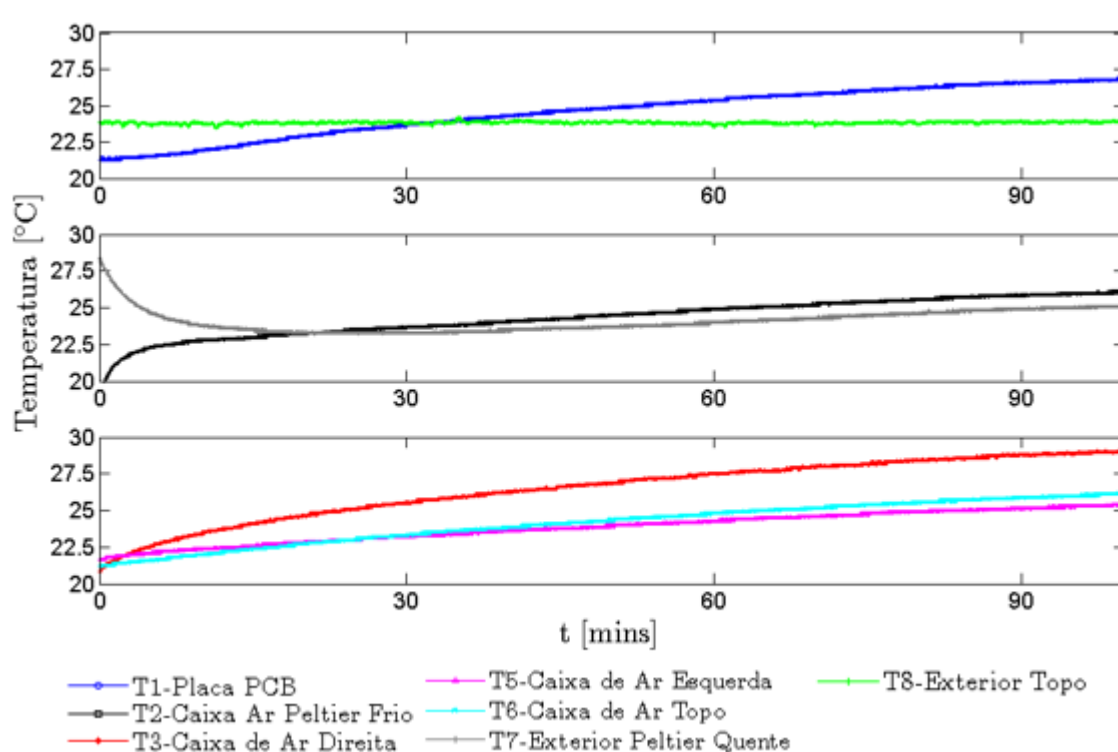


Figura 4.4 – Primeiro ensaio de aquecimento no interior do protótipo funcional.

No gráfico da Figura 4.4 observa-se que a temperatura do ar no interior da câmara de ensaio (T1) subiu 6 °C ao longo de 2 horas. A temperatura exterior manteve-se constante, existindo uma diferença de 3 °C relativamente a T1. É também observável que as temperaturas relativas aos módulos Peltier sofreram alterações apesar de estes se encontrarem desligados no decorrer do ensaio. Uma explicação razoável para este resultado é o facto do calor ser transferido por condução do alumínio para o exterior.

4.4 Ensaios Mistos

Os ensaios mistos envolvem os equipamentos térmicos de arrefecimento e aquecimento num único ensaio. Os primeiros testes foram realizados de forma a replicar o funcionamento do PID. O procedimento destes ensaios consistiu em:

- Adquirir o valor da temperatura interior com todos os equipamentos desligados durante 30 min;
- Ligar os módulos *Peltier* para o arrefecimento do interior do protótipo durante 60 min;
- Desligar os módulos *Peltier*, mantendo o protótipo funcional em repouso para atingir o equilíbrio térmico com o exterior durante 60 min;
- Ligar a resistência térmica durante 60 min para aquecer o interior do protótipo;
- Desligar a resistência térmica, mantendo o protótipo funcional em repouso até atingir o equilíbrio térmico durante 30 min.

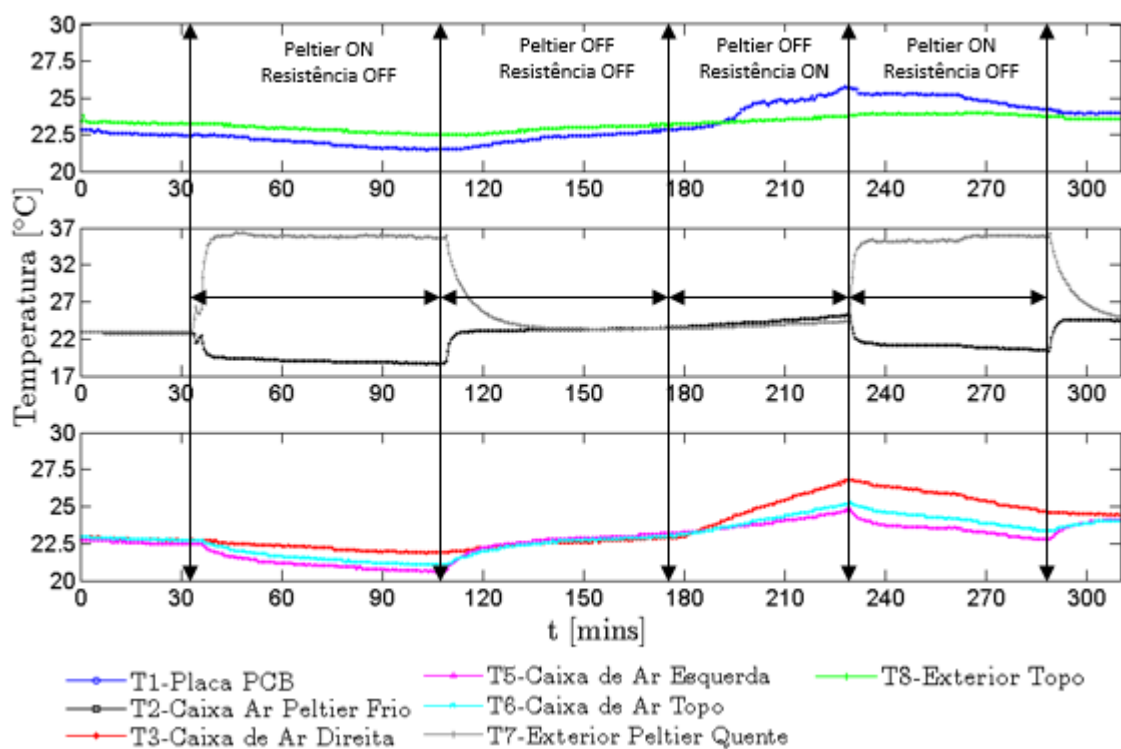


Figura 4.5 – Resultados do ensaio de arrefecimento-aquecimento-arrefecimento do protótipo funcional.

Analisando o gráfico ilustrado na Figura 4.5 conclui-se que a temperatura no interior da câmara de ensaio (T1) altera com o funcionamento dos equipamentos. O decréscimo de T1 é ligeiramente maior quando este se encontra a uma temperatura superior, isto é, obteve-se um melhor resultado após o aquecimento da câmara de ensaio comparativamente à temperatura ambiente registada no início. O funcionamento da resistência térmica permitiu um aumento de 3 °C no interior da câmara de ensaio. A temperatura sofre maiores variações com o acionamento dos equipamentos.

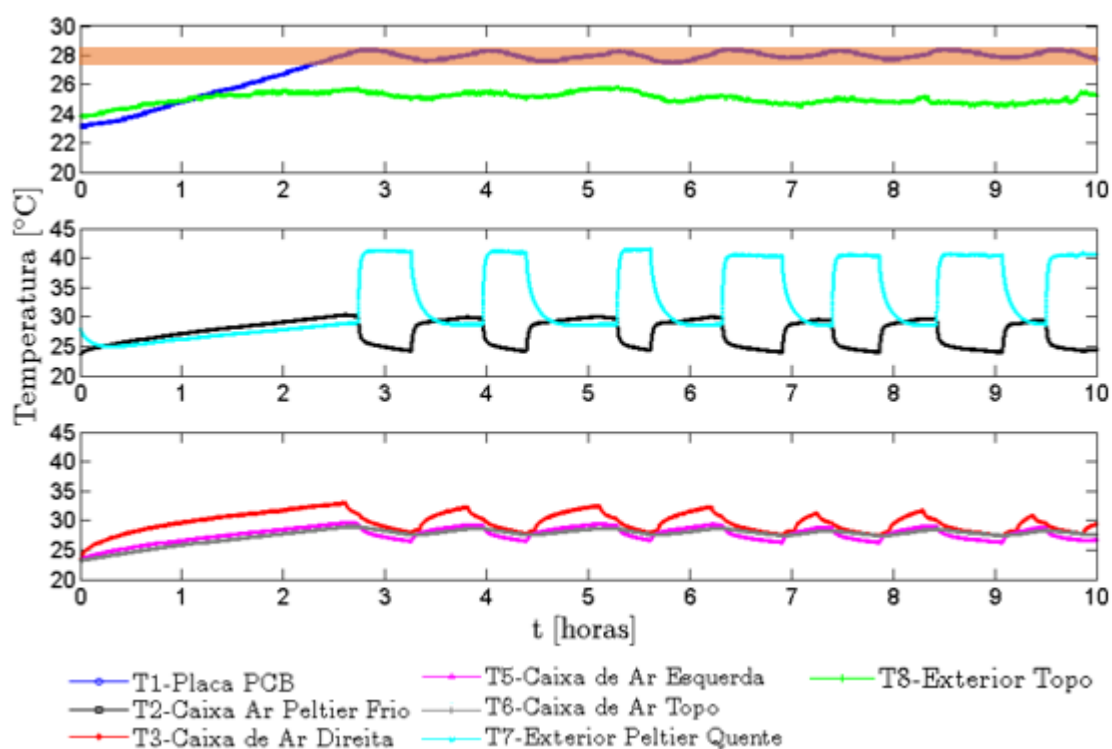


Figura 4.6 – Resultados do ensaio controlado pelo PID.

A Figura 4.6 ilustra os resultados do ensaio realizado com a configuração final do protótipo funcional, com objetivo de testar e validar o funcionamento do PID desenvolvido. Foi inserido no *software* o parâmetro temperatura interior desejado igual a 28 °C. No início do ensaio T1 media 23 °C e ao fim de, sensivelmente, 3 horas a temperatura interior desejada foi alcançada. Após esse momento iniciaram-se ciclos intercalados de acionamento dos módulos Peltier e resistência elétrica de modo a manter T1 constante. Através da análise do gráfico é também possível afirmar que a estanquicidade da câmara de ensaio foi validada, uma vez que os declives das retas referentes à temperatura medida na caixa de ar são mais acentuados relativamente aos de T1.

Os valores registados na caixa de ar são coerentes com a posição dos equipamentos e do fluxo de ar imposto pelas ventoinhas instaladas. Este tem o sentido de circulação contrário ao dos ponteiros do relógio.

Neste ensaio foi também testada e validada a medição da humidade relativa no interior do protótipo. No início do teste, o valor medido foi de 55 %, valor que foi diminuindo à medida que a temperatura subia. Quando foi alcançado o valor da temperatura desejado, a humidade relativa estabilizou nos 42 % e manteve-se

constante até final do ensaio. É de referir que não se encontrava nenhuma solução líquida no interior da câmara de ensaio. Os resultados estão ilustrados na Figura 4.7

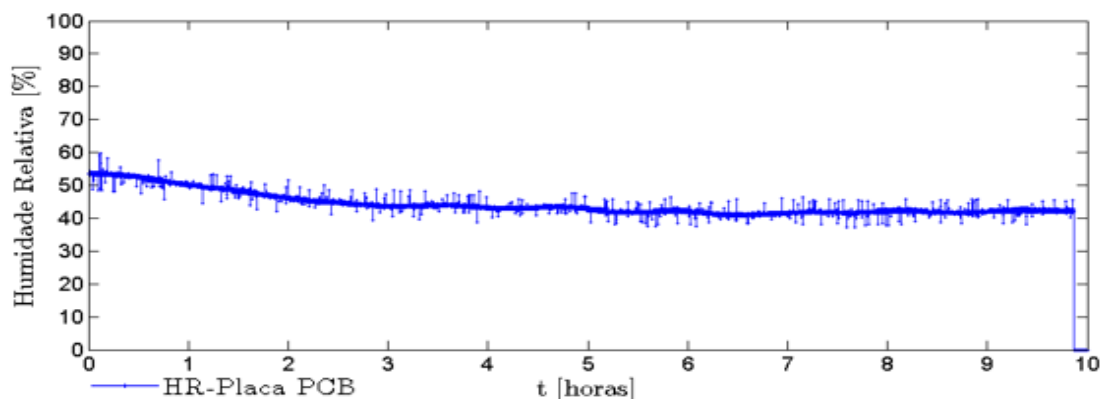


Figura 4.7 – Medição da humidade relativa.

Nota: Nos minutos finais do ensaio ocorreu um erro na aquisição dos dados relativos à humidade relativa. Este erro não comprometeu o resultado final do ensaio.

4.5 Ensaios de corrosão numa solução de NaCl

Com o objetivo de comparar resultados e validar o equipamento, foi realizado um ensaio de corrosão sobre quatro provetes de metais constituintes das PCB. Estes provetes foram mergulhados numa solução de H_2O e NaCl e todos os parâmetros do ensaio foram controlados a partir do software dedicado do protótipo funcional.

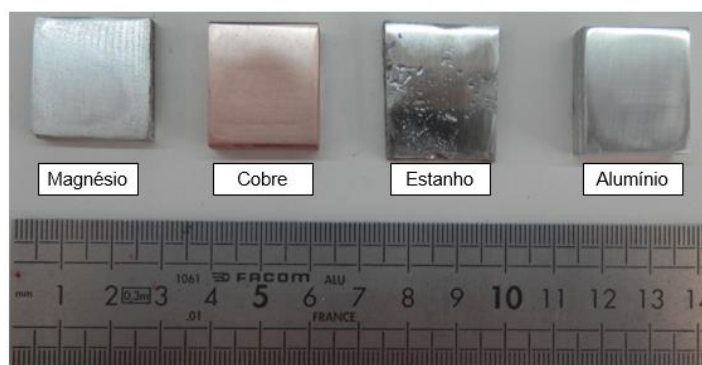


Figura 4.8 – Provetes utilizados no ensaio de corrosão.

Antes de iniciar o ensaio, a superfície de cada provete foi polida e estes foram acoplados a uma réplica da placa PCB impressa em 3D. Foi escolhida uma temperatura de 30 °C como temperatura desejada.

Tabela 4.1 - Parâmetros do ensaio inseridos no *software*

Posição	Ciclos	Tempo de ciclo (s)	Tempo entre ciclos (s)	Ângulo de rotação (°)
Superior	3	105	30	360
Inferior	3	105	30	360

Os ciclos representam o número de rotações que a amostra sofre em cada posição e o tempo de ciclo simboliza o tempo total que a amostra permanece nessa posição. O ensaio teve uma duração total 45 h mas por motivos de segurança no laboratório o ensaio teve que ser interrompido três vezes. Durante estas três interrupções os provetes não estavam submetidos a ciclos e a medição da temperatura, humidade relativa e pH não foram registadas, no entanto estes continuaram submersos na solução. As interrupções contabilizam um tempo total de 36 h do ensaio.

Tendo o que foi descrito em conta, a metodologia utilizada neste ensaio foi a seguinte:

- 1) Ensaio de 3 h 30 min com o protótipo funcional ligado;
- 2) Provetes imersos na solução durante 12 h com o protótipo funcional desligado;
- 3) Ensaio de 9 h com o protótipo funcional ligado;
- 4) Provetes imersos na solução durante 12 h com protótipo funcional desligado;
- 5) Ensaio de 9 h com o protótipo funcional ligado;
- 6) Provetes imersos na solução durante 12 h com protótipo funcional desligado;

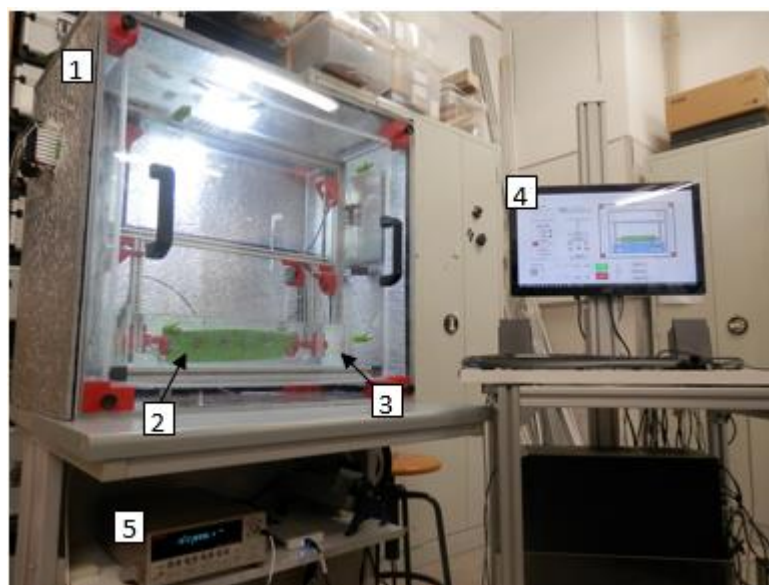


Figura 4.9 – Aparato laboratorial. 1) Protótipo Funcional; 2) Provetes de Cu, Sn, Al e Mg a ser testados; 3) Recipiente com a solução NaCl e H₂O; 4) *Software* dedicado; 5) Nanovoltímetro.

As figuras seguintes ilustram os resultados das medições registadas com o protótipo em funcionamento.

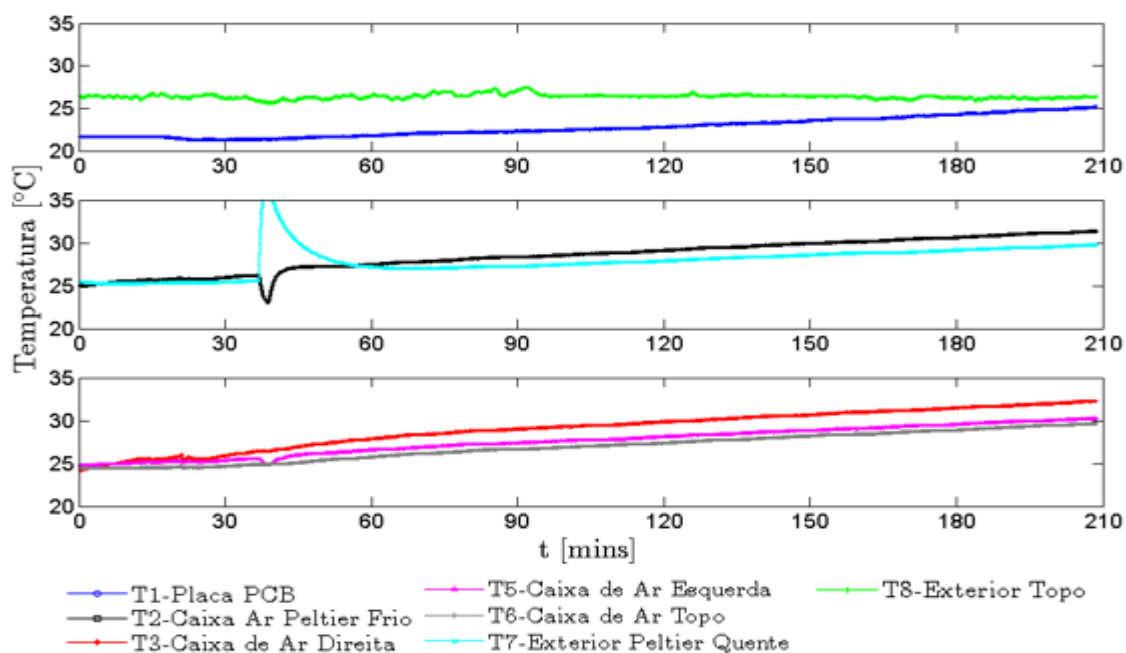


Figura 4.10 – Temperaturas medidas durante 3 h 30 min.

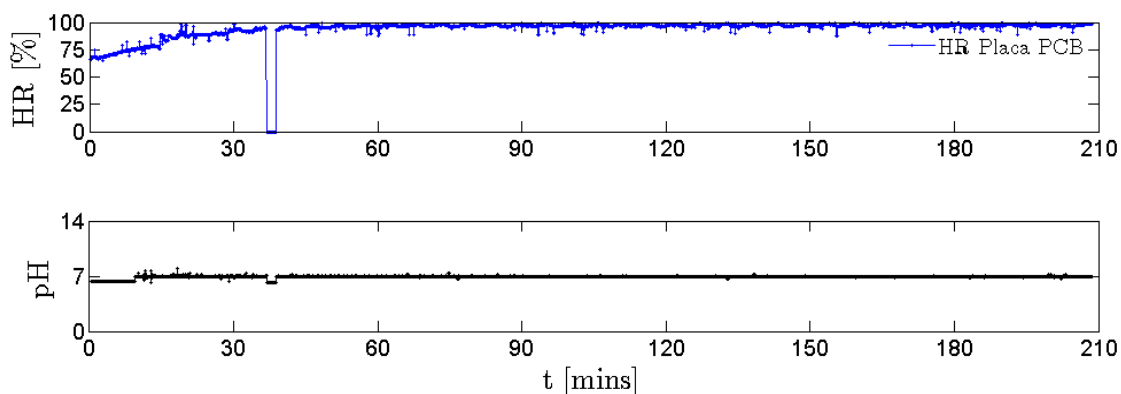


Figura 4.11 – Humidade relativa e pH medido durante 3 h 30 min.

Na análise aos gráficos conclui-se que no decorrer das 3 horas e 30 mins de a temperatura de 30°C não foi alcançada. Aos 40 min de ensaio, ocorreu um erro de comunicação da DAQ com o computador resultando no acionamento dos módulos Peltier e a um erro na medição da humidade relativa. O pH manteve-se constante ao longo do tempo, como era expetável.

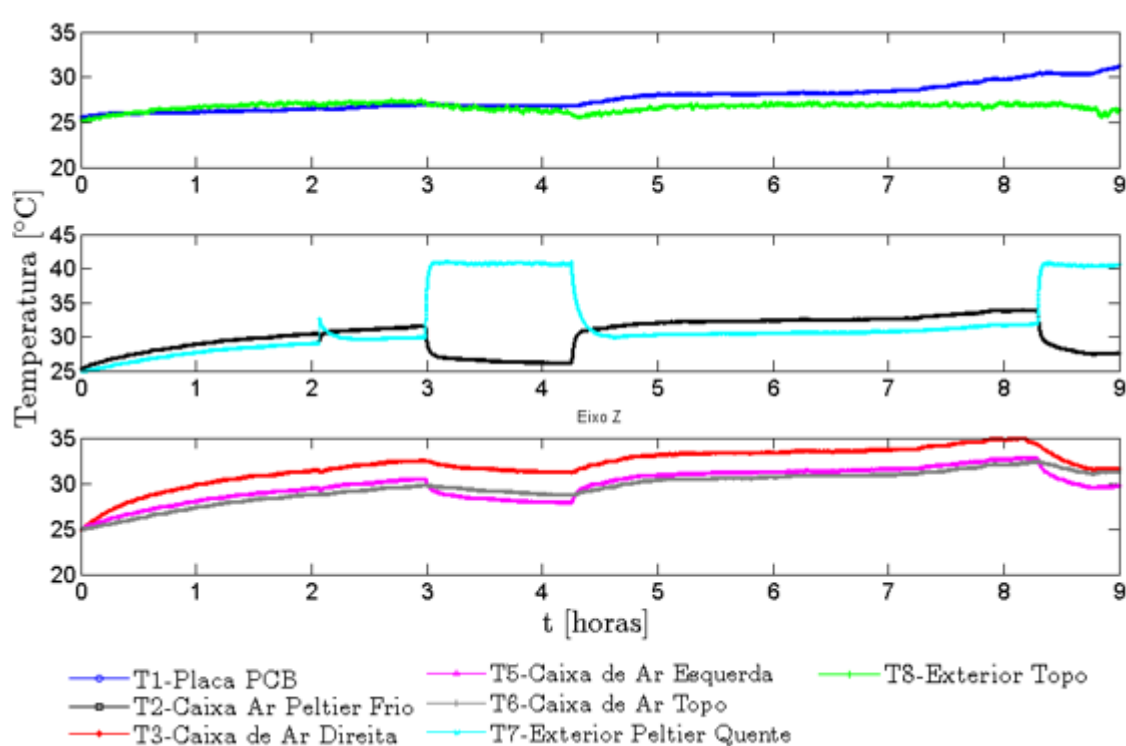


Figura 4.12 – Temperaturas medidas durante 9 h.

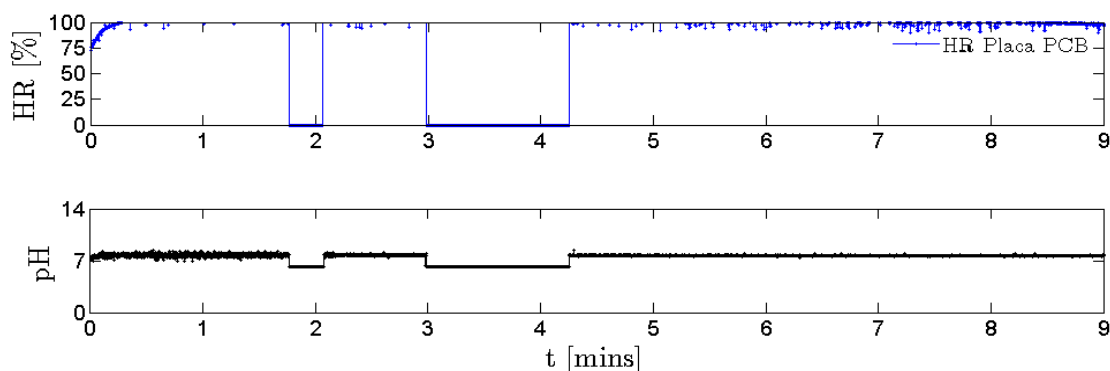


Figura 4.13 – Humidade relativa e pH medido durante 9 h.

O erro de comunicação entre a DAQ e o computador voltou a ocorrer no ciclo de 9 h. No gráfico é possível observar que este aconteceu sensivelmente às 2 h e voltou a ocorrer às 3 h, o que resultou numa descida de temperatura e por consequência uma maior duração para atingir a temperatura desejada. Quando ultrapassados os 30 °C, entre as 8 h e as 9 h, foi acionado o mecanismo de arrefecimento. O sensor de humidade registou valores acima dos 100 % de HR, o que consiste numa medição errada. Uma possível explicação é a descalibração do sensor, sendo necessário definir novamente o *offset*. O pH registou valores mais elevados relativamente ao dia anterior (Figura 4.11), apresentando um valor coerente pois a solução encontrava-se com iões provenientes da degradação do provete de magnésio.

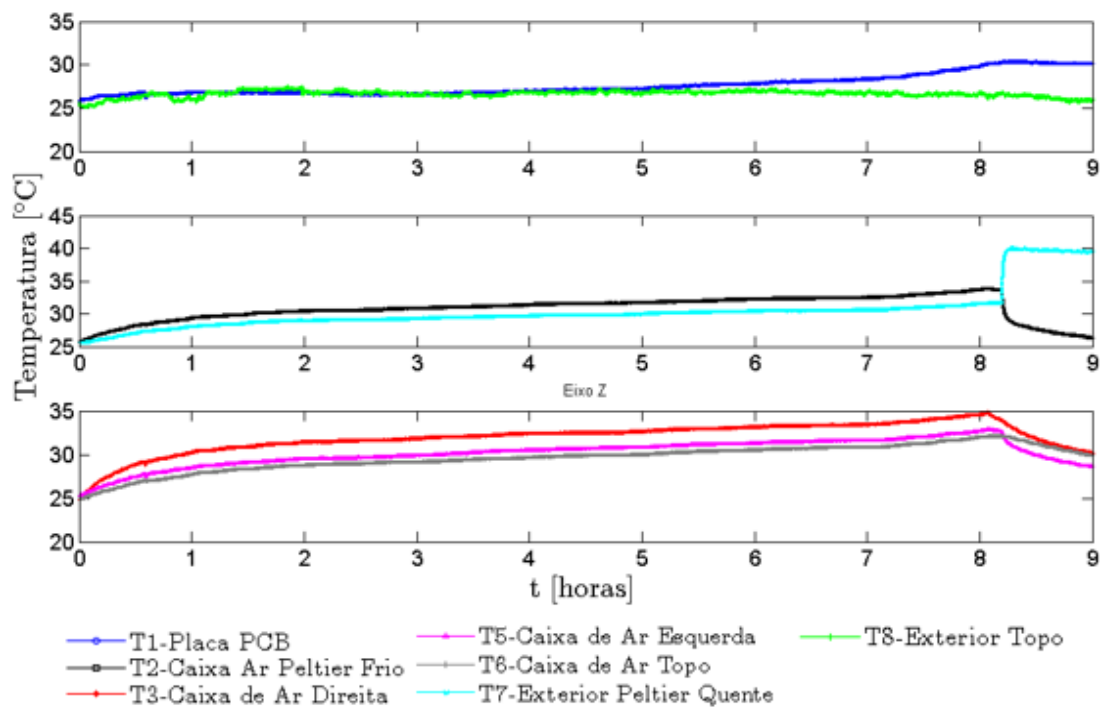


Figura 4.14 –Temperaturas medidas durante o segundo ciclo de 9 h.

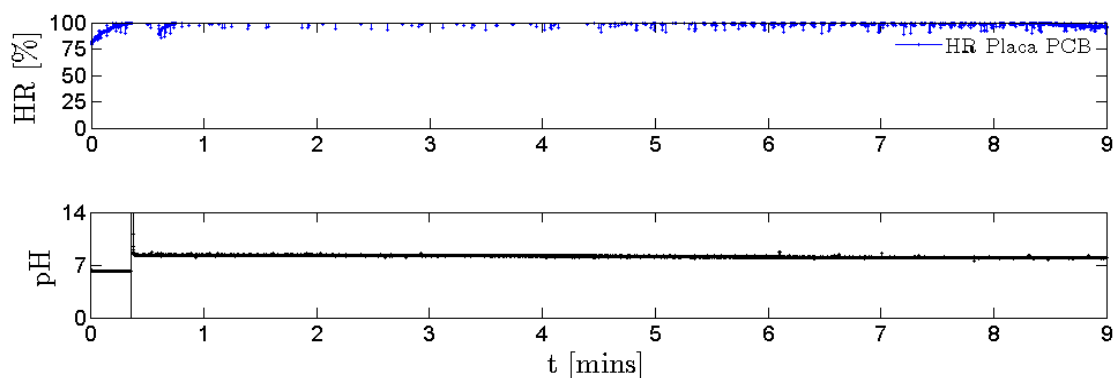


Figura 4.15 – Humidade relativa e pH medido durante o segundo ciclo de 9 h.

Os gráficos ilustram que as medições no segundo ciclo de 9 h são semelhantes ao do dia anterior. A temperatura desejada é novamente alcançada entre as 8 h e as 9 h resultando no funcionamento dos módulos Peltier. O pH da solução voltou a aumentar, o que consiste num resultado coerente.

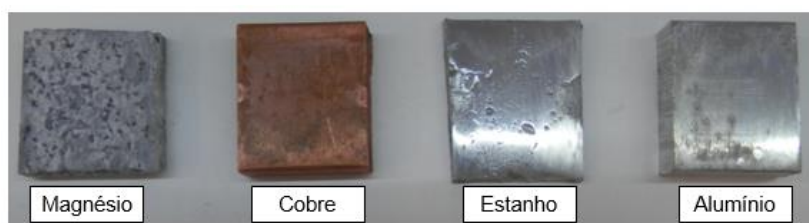


Figura 4.16 – Aspeto dos provetes após o ensaio.

Finalizado o ensaio, as amostras foram limpas em água destilada e analisadas ao microscópio.

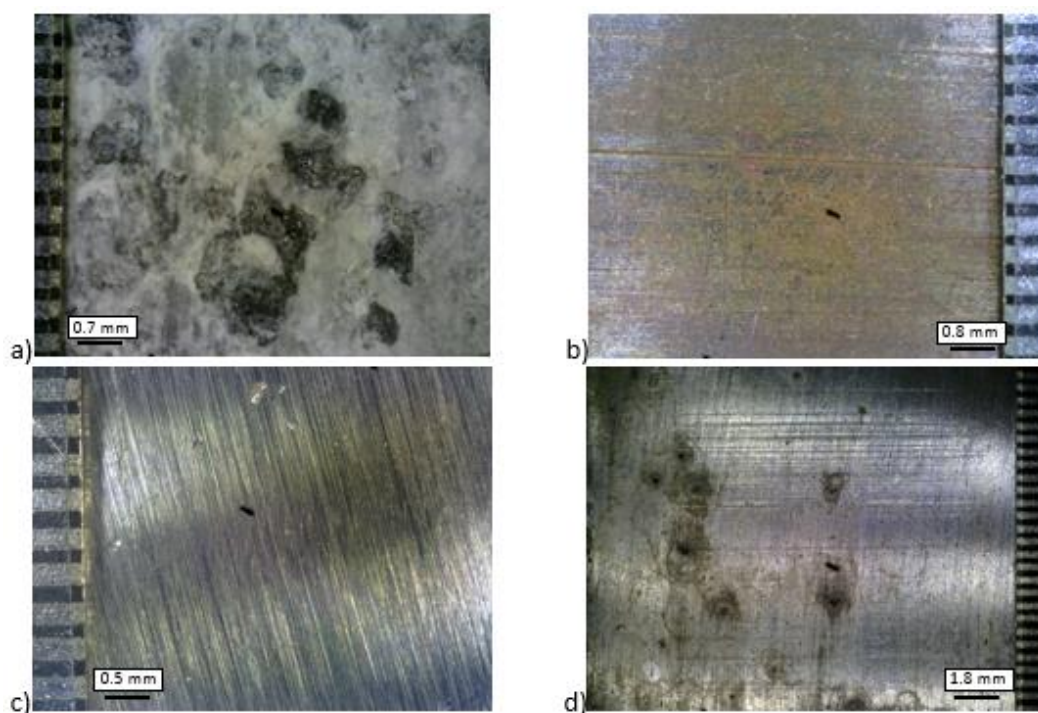


Figura 4.17 – Superfície dos provetes após a realização do ensaio de corrosão. a) Magnésio; b) Cobre; c) Estanho; d) Alumínio.

Através da análise da Figura 4.17 verifica-se que o magnésio sofreu uma degradação acentuada e facilmente identificável a olho nu. No alumínio verificaram-se cavidades na sua superfície, este tipo de corrosão é conhecido como *pitting*. No cobre é visível a oxidação da sua superfície enquanto que o estanho não sofreu qualquer tipo de dano (as fissuras visíveis na imagem são as mesmas verificadas antes do ensaio).

4.6 Ensaio de suspensão de células bacterianas

Para a realização deste ensaio foram utilizadas bactérias *Rhodococcus erythropolis* DCL14. Estas são células não patogénicas e possuem complexos de ferro. As suas propriedades estão representas na Tabela 4.2 [31].

Tabela 4.2 - Propriedades da célula bacteriana utilizadas no ensaio.

Nome	Gram	Condições de sobrevivência	Fonte de carbono
<i>Rhodococcus erythropolis</i>	Positiva	24 °C – 35 °C (28 °C Temperatura ideal)	Etanol ou Hexadecano

No ensaio foi utilizado 1 litro de solução contendo células bacterianas, nesse sentido foi necessário adaptar o suporte e o recipiente do protótipo tal como a PCB a testar. A Figura 4.18 ilustra o aparatado laboratorial utilizado.

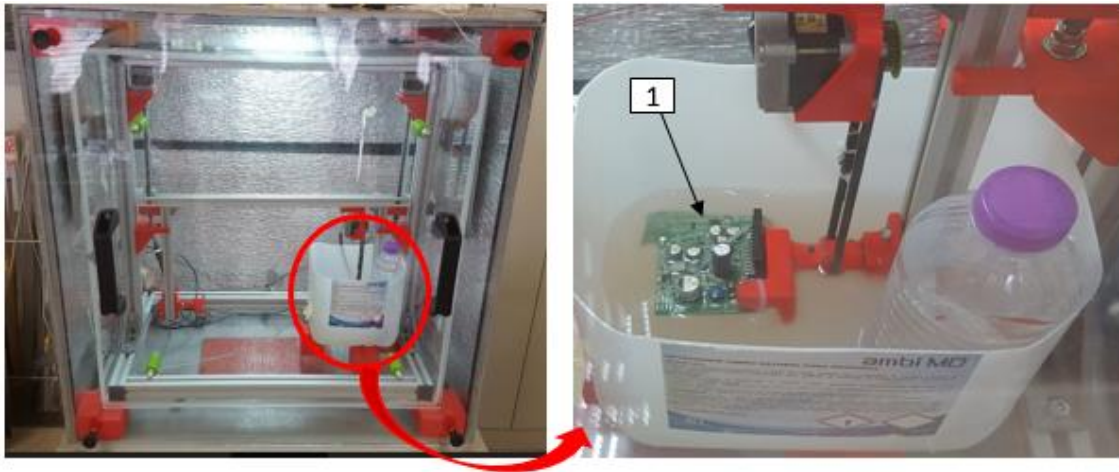


Figura 4.18 - Aparato laboratorial no ensaio com células bacterianas. 1) PCB de teste.

O ensaio teve a duração de 7 dias e os microrganismos foram alimentados duas vezes, ao fim de 48 horas e 96 horas, com 0.5 ml de etanol puro. A temperatura desejada inserida foi de 27° C e a placa PCB rodou 180° a cada 10 minutos. No final do ensaio foi visível macroscopicamente o desenvolvimento de diferentes biofilmes na superfície da placa, tal como ilustra a Figura 4.19.

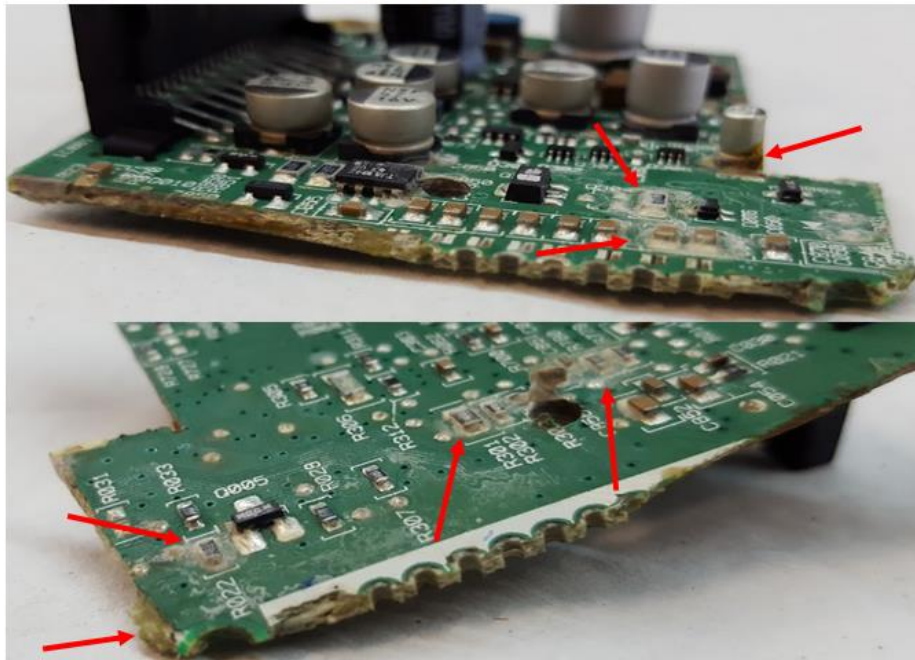


Figura 4.19 - Biofilme formado na superfície da PCB após 7 dias de ensaio.

Na imagem observa-se uma camada branca à volta de alguns componentes e uma degradação parcial da base de um condensador. Esta camada representa o biofilme, resultado da agregação de células bacterianas a estas zonas.

Paralelamente ao ensaio anteriormente descrito, foi realizado no IBB do IST, um outro ensaio utilizando suspensão bacteriana em PCB. O espécime de microrganismos utilizado foi o mesmo, cujo as características estão apresentadas na Tabela 4.2.

Uma placa PCB foi imersa numa suspensão celular contendo meio mineral mínimo e etanol como fonte de carbono, a 30°C e 200 rpm. As fotografias foram obtidas através de um microscópio de fluorescência, com uma ampliação de 30x. Na Figura 4.20 estão ilustradas as imagens microscópicas da superfície da PCB após 48 horas de ensaio.

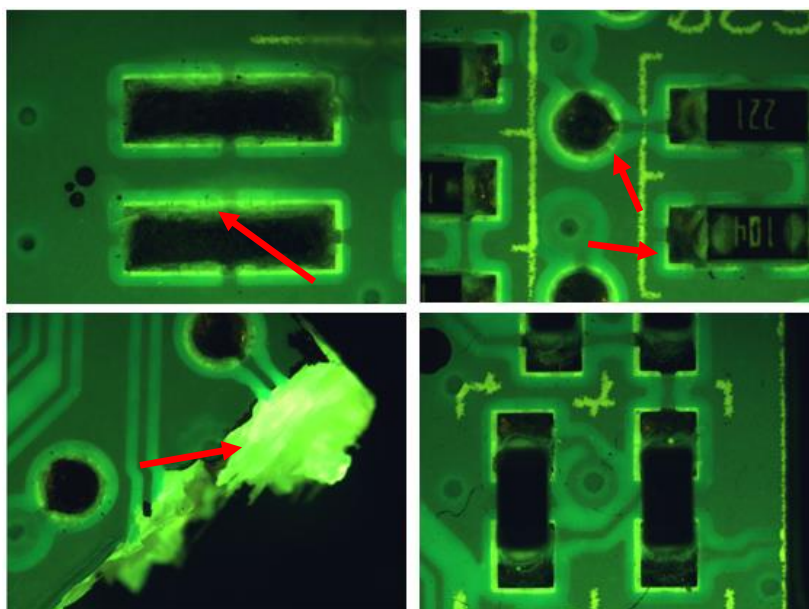


Figura 4.20 – Biofilmes formados na superfície da placa de circuitos integrados.

A fluorescência das células permite concluir que estas aderiram às juntas soldadas dos componentes e formaram um biofilme, sendo uma localização interessante para a iniciação da biocorrosão. A única deposição visível a olho nu foi na zona de corte da placa. Durante as primeiras 48 horas de ensaio não foi detetada qualquer tipo de degradação no produto.

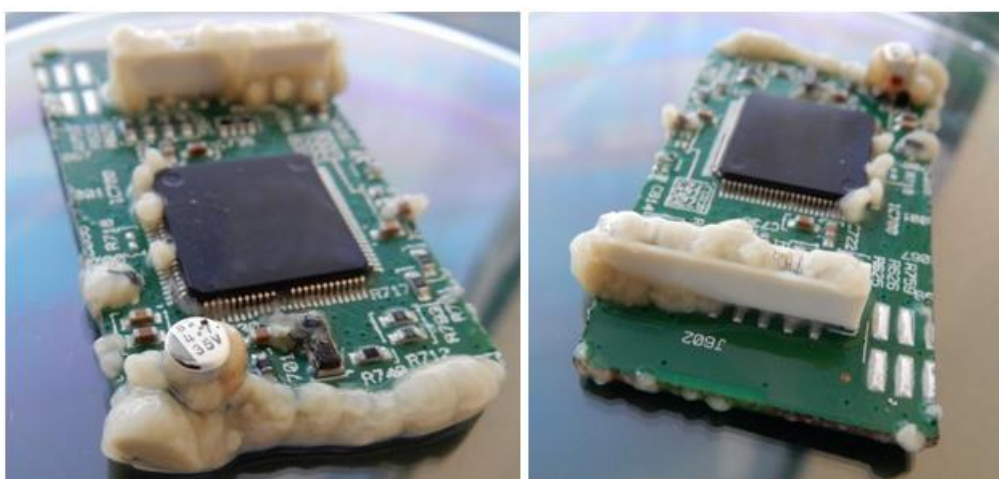


Figura 4.21 - Placa PCB após 33 dias de ensaio.

Decorridos 33 dias após o início do ensaio, foi visível macroscopicamente vários biofilmes formados em diferentes zonas da PCB. A Figura 4.21 ilustra o aspeto da amostra no final do ensaio e através da sua análise conclui-se que os microrganismos tiveram um comportamento preferencial pela zona de corte da placa. No entanto estes

também aderiram e desenvolveram-se juntos das ligações dos componentes com a superfície da PCB. Na Figura 4.22 está representada as imagens obtidas através do microscópio de fluorescência onde é possível observar um início de corrosão na superfície de um dos componentes.

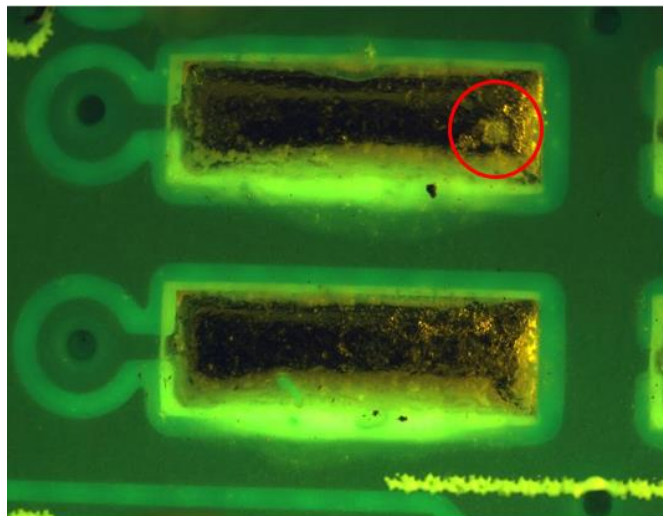


Figura 4.22 – Biocorrosão na superfície do componente.

4.7 Síntese do capítulo

Neste capítulo foram apresentados os ensaios realizados para a validação do protótipo funcional. Os resultados demonstram que o equipamento desenvolvido cumpre os requisitos estabelecidos, funcionando de forma automática a partir de um software dedicado. Foram realizados ensaios de várias horas onde não foi necessária a intervenção de um operador. Os equipamentos térmicos permitem uma variação de temperatura no interior do protótipo, no entanto é necessária maior potência térmica para obter melhores resultados.

Neste capítulo foram também apresentadas as imagens resultantes de dois ensaios de suspensão de células bacterianas na superfície de uma PCB, um realizado no LabEND utilizando o protótipo funcional e outro realizado no IBB com um maior tempo de duração. As imagens resultantes do primeiro mostram que se desenvolveu uma comunidade bacteriana na superfície da amostra através das condições criadas no interior do protótipo. No segundo ensaio, observou-se um início de corrosão causada pelos microrganismos sendo um bom indicador para futuros ensaios.

5 CONCLUSÕES E DESENVOLVIMENTOS FUTUROS

5.1 Introdução

Neste capítulo são apresentadas as conclusões do trabalho realizado nesta dissertação e as propostas de desenvolvimentos futuros. Parte das conclusões estão implícitas nos comentários aos resultados obtidos e na síntese de cada capítulo, servindo este para evidenciar e conciliar as conclusões de caráter mais abrangente.

5.2 Conclusões

Os ensaios de envelhecimento acelerado são fundamentais no desenvolvimento e validação de novos produtos. Contudo, a obtenção dos resultados desejados continua a ser morosa e os custos associados são considerados elevados. A revisão do estado da arte efetuado permitiu confirmar o efeito de degradação que alguns microrganismos desempenham na superfície dos materiais.

No decorrer deste trabalho foram criadas as condições laboratoriais necessárias para testar a utilização do fenómeno biológico como variável de aceleração num ensaio de envelhecimento acelerado. Nesse sentido, foi concebido, projetado, produzido e validado experimentalmente um protótipo funcional para ensaios de envelhecimento acelerado utilizando células bacterianas.

A solução construtiva adotada inclui a vertente estrutural, térmica, de instrumentação e de controlo e respetivo software. Os resultados obtidos através do ensaio realizado no laboratório de ensaios não destrutivos mostram que o protótipo cumpre os requisitos funcionais previamente estabelecidos, impondo um ambiente de controlo favorável ao desenvolvimento e reprodução dos microrganismos. Após 7 dias de ensaio, observou-se biofilmes formados na superfície de uma placa PCB.

Os resultados experimentais dos ensaios térmicos permitem concluir que os componentes térmicos escolhidos cumprem a função de aquecer e arrefecer a câmara de ensaio. Num ensaio realizado com duração de 10 horas, a temperatura desejada de 28 °C foi atingida ao final de 3 horas. A partir desse ponto, o controlo PID desenvolvido acionou alternadamente os módulos Peltier e a resistência térmica mantendo a temperatura aproximadamente constante nas restantes 7 horas de ensaio.

Em todos os testes de validação térmica, a temperatura medida na câmara de ensaio, difere da temperatura exterior e da temperatura medida em diferentes pontos da caixa de ar, confirmando a estanquicidade da caixa exterior e da câmara de ensaio. Contudo, foi identificado um défice de potência de arrefecimento que deve ser corrigido no futuro.

Foram realizados ensaios em provetes de ligas de cobre, magnésio, estanho e alumínio mergulhados numa solução de NaCl para avaliar o efeito da corrosão durante o pleno funcionamento do protótipo. Este ensaio permitiu validar a automação de todo o protótipo, ou seja, os ensaios decorreram durante quatro dias sem a intervenção de um operador.

O software dedicado desenvolvido para a gestão de todos os sistemas eletromecânicos, térmicos, instrumentação, apresentação e gravação de resultados, mostrou ser adequado para os fins a que se propõe.

Paralelamente ao ensaio realizado com o protótipo funcional, foi executado um outro no Instituto de Biociência e Bioengenharia. Uma placa PCB foi mergulhada durante 33 dias numa suspensão bacteriana e as imagens microscópicas obtidas da superfície da amostra, mostram que após esse tempo é observável um início de corrosão nos componentes.

Em suma, o objetivo principal deste trabalho foi cumprido, estando o protótipo funcional apto para realizar ensaios de envelhecimento de produto durante horas, dias ou até meses.

5.3 Desenvolvimentos futuros

Algumas alterações podem ser feitas com vista a melhorar o desempenho do protótipo funcional. É expectável que a temperatura seja inferior no lado frio do Peltier se a dissipação do calor no lado quente for mais eficaz. Recomenda-se a substituição dos dissipadores por outros de maior dimensão, refrigerados a água em circuito fechado ou por um modelo com núcleo de cobre. Aumentar a potência, inserindo mais equipamentos térmicos, é também recomendado. Desenvolver um sistema de ampliação de sinal, recorrendo a amplificadores operacionais, que permita retirar o nanovoltímetro do protótipo. Inserir no sistema elétrico componentes que permitam proteger os restantes equipamentos, como por exemplo díodos para evitar diferenças de potencial em sentidos que não são pretendidos, e fusíveis. Implementar um dispositivo de captura fotográfica automática de modo a registar a degradação do produto com o decorrer do ensaio.

A nível científico os resultados deste trabalho foram muito preliminares. Para trabalhos futuros sugere-se a realização ensaios com duração superior de modo a observar-se a degradação dos produtos.

BIBLIOGRAFIA.

- [1] Kececioglu, D. B. *Reliability & Life Testing Handbook (Vol. 2)*. DEStech Publications, Inc. Lancaster, Pennsylvania, U.S.A., 2002.
- [2] Vassilou, P. e Meetas, A. Understanding accelerated life-testing analysis. *Annual Reliability and Maintainability Symposium*, pp. 1-14, 2003.
- [3] Nelson, W. B. A bibliography of accelerated test plans. *IEEE Transactions On Reliability*. **54**: 194-197, 2005
- [4] Pham, H. *Handbook of Reliability Engineering*. Accelerated Life Testing, Chapter 22. Springer. New Jersey, 2003.
- [5] Escobar, L. A. e William, Q. Meeker. A review of accelerated test models, *Statistical Science* Vol. 21, No. 4, pp. 552-577, 2006.
- [6] ReliaSoft Corporation. Accelerated life testing reference, *ReliaSoft Publication*. Arizona, 2015.
- [7] Virkki, J., Chen, L., Zhu, Y., Meng, Y. Challenges in qualitative accelerated testing on WSN Hardware. *Engineering*, Vol 3, pp 1234-1239, 2011.
- [8] Rouch, M. L., Webb, W. M. (2006). *Applied Reliability Engineering (Vol 1)*. Chapter 9. Fifth Edition, Center for Reability Engineering, Maryland.
- [9] *What is HALT HASS?*. Acedido em: 02, Janeiro, 2016, em: <http://www.qualmark.com/whatishalthass>
- [10] AN-1852 Designing with pH electrodes. *Texas Instruments*, Setembro 2008, revisto em Abril 2013.
- [11] *What is HALT HASS?*. Acedido em: 02, Janeiro, 2016, em: <http://www.qualmark.com/whatishalthass>
- [12] Harry, I. (1996, 1 Janeiro). Environmental stress testing – a product improvement method. *Electronics Cooling*. Acedido em: 02, Janeiro, 2016, em: <http://www.electronics-cooling.com/1996/01/environmental-stress-testing-a-product-improvement-method/>
- [13] MIL-STD-S83E. (1996). *Test Method Standard Microcircuits*. Department of Defense (DoD), U.S.A
- [14] *Thermotron* . Acedido em: 05, Dezembro, 2015, em: <http://Thermotron.com>
- [15] *Aralab*. Acedido em: 05, Dezembro, 2015, em: <http://www.aralab.pt>
- [16] Falkiewicz-Dulik, M., Janda, K., Wypych, G. *Handbook of Biodegradation, Biodeterioration and Biostabilization*. Biodegradation, Bioteriation and Biostabilization of Industrial Products, Chapter 6. ChemTec Publishing. Toronto, 2015
- [17] Beech, I. e Sunner, J. Biocorrosion: towards understanding interactions between biofilms and metals. *Current Opinion in Biotechnology*, Vol 15, pp. 181-186, 2004.
- [18] Gu, J-D. *Encyclopedia of Microbiology (Thrid Edition)*. Corrosion, Microbial. Academic Press, p 259-269, San Diego, USA, 2009.

- [19] Clyde F. Coombs, Jr. *Printed Circuits Handbook*. Sixth Edition, McGraw-Hill Handbooks, New York, Chicago, San Francisco, Lisbon, London, Madrid, Mexico City, Milan, New Delhi, San Juan, Seoul, Singapore, Sydney, Toronto, 2007
- [20] Little, B., Tammie, G., Ray, R., Lee, J. Chapter 5 – The Mineralogy of microbiologically influenced corrosion. *Mineral Scales and Deposits*, pp. 107-122, 2015.
- [21] de Carvalho, CCCR. Biofilms: New ideia for an old problem. *Recent Patents on Biotechnology*, Vol. 1, pp. 49-57, 2007.
- [22] Beech, I. Corrosion of technical materials in the process of biofilms – current understanding and state-of-art methods of study. *Internacional Biodeterioration & Biodegradation*, Vol 53, pp 177-183, 2004.
- [23] de Carvalho, CCCR. Biofilms: Recent developments on a on battle. *Recent Patents on Biotechnology*, Vol. 6, pp. 13-22, 2012.
- [24] Izdebska, J. *Printing on Polymers – Fundamentals and Applications*. Aging and degradation of printed materials. William Andrew, chapter 22, pp. 353-370, 2016.
- [25] Gu, J. *Handbook of Environmental Degradation of Materials (Second Edition)*. Biofouling and prevention: corrosion, biodeterioration and biodegradation of materials. Chapter 8, pp. 243-282, 2012.
- [26] Wasserbauer, R. Microbial biodeterioration of electrotechnical insulation materials. *Internacional Biodeterioration & Biodegradation*, Vol 53, pp. 171-176, 2004.
- [27] An, Y. Friedman, R. Concise review of mechanisms of bacterial adhesion to biomaterial surfaces. *Journal of Biomedical Materials Research*, Vol 43, pp. 338-348, 1998.
- [28] Musk Jr, D. Hergenrother, P. Chemical countermeasures for the control of bacterial biofilms: Effective compounds and promissing targets. *Current Medicinal Chemistry*. Vol 13, pp. 2163-2177, 2006.
- [29] Radu, E. Mitrea, S. Patrol, D. Voina, A. Moscaliuc, H. Lingvay, I. Biocorrosion and biodeterioration of some materials used in electrical engineering. *Diagnostic of Eletrical Machines and Insulating Systems in Electrical Engineering (DEMISEE)*, 2016.
- [30] Chen, S. Wang, P. Zhang, D. Corrosion behavior of copper under biofilm of sulfate-reducing bacteria. *Corrosion Science*, Vol 87, pp. 407-415, 2014.
- [31] Santos, T. Miranda, R. de Carvalho, C. A new NDT technique based on bacteial cells to detect micro surface defects. *NDT&E International*, Vol 63, pp. 43-49, 2014.
- [32] de Carvalho, J. “Aula – Transmissão de Calor, Condução unidimensional permanente”, Faculdade de Ciências e Tecnologias – UNL, Almada, Portugal, 2014.
- [33] *Matweb*, Disponível em <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=3cb08da2a0054447a3790015b7214d07&ckck=1>, Acedido em: Fevereiro, 2016.
- [34] AN-1852 Designing with pH electrodes. *Texas Instruments*, Setembro 2008, revisto em Abril 2013.
- [35] *LabVIEW*, disponível em <http://www.ni.com/labview/pt/>, Acedido em Julho, 2016.

- [36] Datasheet Peltier cooler module, disponível em <http://docs-europe.electrocomponents.com/webdocs/144a/0900766b8144aa10.pdf>, Acedido em Maio, 2016.